

UNIVERSIDAD CATÓLICA DE SANTA MARÍA

**FACULTAD DE CIENCIAS FARMACÉUTICAS, BIOQUÍMICAS Y
BIOTECNOLÓGICAS**

ESCUELA PROFESIONAL DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA



**FORMULACIÓN, ELABORACIÓN Y CONTROL DE CALIDAD
FISICOQUÍMICO DE CUATRO TIPOS DE JABÓN LÍQUIDO CON BASE DE
ACEITES VEGETALES**

TESIS PRESENTADA POR:

Bach. MEZA FLORES Libia Eulalia

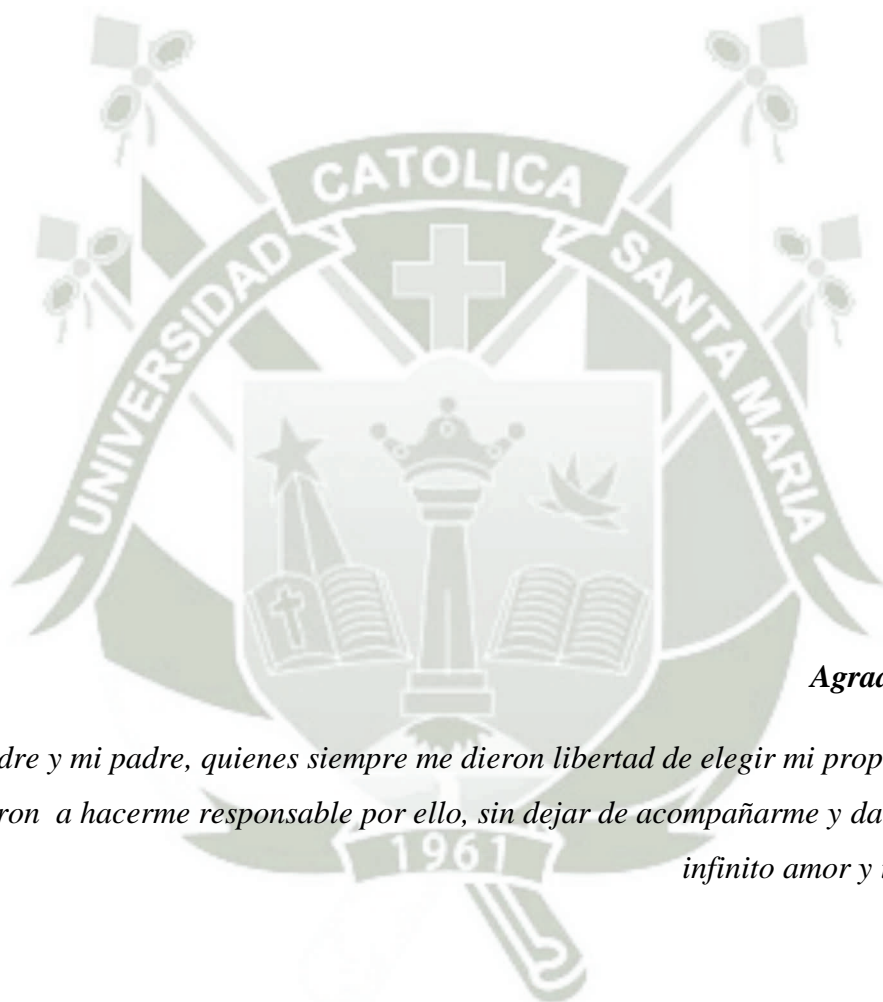
Para optar el título de Química Farmacéutica

ASESOR:

PhD. CÁRDENAS GARCÍA Jaime

AREQUIPA-PERÚ

2016



Agradecimientos

A mi madre y mi padre, quienes siempre me dieron libertad de elegir mi propio camino y me enseñaron a hacerme responsable por ello, sin dejar de acompañarme y darme todo su infinito amor y total apoyo.

A mis amigas y amigos más cercanos, en especial a Juan Antonio, por acompañarme y ayudarme en este proceso, por el cariño y la amistad compartida.

A mis profesores, de quienes siempre tuve mucho que aprender, dentro y fuera de las aulas.

Dedicatoria

Dedicado de manera muy especial a mi amada hermana, quien con sus ocurrencias, dulzura y cariño siempre está presente en mi vida, confío en que logrará todas sus metas y sueños.

A UNEC, espacio donde crecí y complementé mi formación profesional y personal.



ÍNDICE

RESUMEN	11
ABSTRACT	14
INTRODUCCIÓN.....	16
OBJETIVOS	17
HIPÓTESIS	18
CAPITULO I.	19
MARCO TEÓRICO	19
1.1 GENERALIDADES DEL JABÓN.....	20
1.1.1 Historia	20
1.1.2 Descripción.....	23
1.2 REACCIONES QUÍMICAS PARA LA OBTENCIÓN DE JABONES.....	24
1.2.1 Saponificación	24
1.3 MATERIAS PRIMAS USADAS PARA LA ELABORACIÓN DE JABÓN	26
1.3.1 Álcalis.....	26
1.3.2 Grasas y Aceites.	27
1.3.3 Agua.....	27
1.3.4 Hidroxietilcelulosa (Natrosol™)	28
1.3.5 Polietilenglicol (PEG 400).....	28
1.3.6 Colorantes.....	29
1.3.7 Fragancias.....	30
1.4 MÉTODOS DE FABRICACIÓN.....	30
1.4.1 Fabricación de jabón por neutralización de ácidos grasos	30
1.4.2 Fabricación de jabones con grasas neutras	31
1.4.3 Fabricación de jabón por procedimientos modificados	34
1.5 GRASAS NEUTRAS Y ÁCIDOS GRASOS.....	35
1.5.1 Generalidades de los lípidos	35
1.5.2 Ácidos grasos.....	36
1.5.3 Grasas neutras.....	37
1.6 GENERALIDADES DE LA PIEL	38
1.6.1 Características de la piel	38

1.6.2	Capas de la piel.....	39
1.7	CLASIFICACIÓN DE JABONES	41
1.7.1	Clasificación	42
CAPITULO II.....		44
MATERIALES Y MÉTODOS.....		44
2.1	MATERIALES Y REACTIVOS	45
2.1.1	Materiales y equipos	45
2.1.2	Reactivos y sustancias	46
2.2	DISEÑO METODOLÓGICO.....	47
2.2.1	Tipo de estudio.	47
2.3	MÉTODOS	47
2.3.1	Determinación del índice de saponificación de aceites.....	47
2.3.2	Obtención de pasta de jabón por saponificación.....	49
2.3.3	Obtención del jabón líquido.....	50
2.3.4	Determinación de valores de control de calidad	51
CAPITULO III.		56
RESULTADOS Y DISCUSIÓN		56
3.1	DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN DE ACEITES	57
3.2	OBTENCIÓN DE PASTA DE JABÓN POR SAPONIFICACIÓN	59
3.2.1	Determinación de parámetros que condicionan la obtención de pasta	59
3.2.2	Obtención de pasta de jabón.....	62
3.3	OBTENCIÓN DEL JABÓN LÍQUIDO	74
3.3.1	Determinación de la detergencia	74
3.3.2	Determinación de la cantidad de viscosante.....	85
3.3.3	Formulación de jabones líquidos.....	87
3.4	DETERMINACIÓN DE VALORES DE CONTROL DE CALIDAD.....	89
3.4.1	Álcali libre	89
3.4.2	pH	91
3.4.3	Viscosidad	93
3.4.4	Porcentaje de glicerina presente en el jabón.....	95
3.4.5	Porcentaje de detergencia de los jabones líquidos.....	97

CAPITULO IV.	100
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	100
4.1 CONCLUSIONES	101
4.2 RECOMENDACIONES.....	103
ANEXOS	108



ÍNDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO I: MARCO TEÓRICO

Figura 1.1.	Esquema de una molécula de jabón con sus dos partes, la cabeza hidrófila (amarillo) y la cola hidrófoba (azul)	24
Figura 1.2.	Esquema de una micela con grasa atrapada en su interior.	24
Figura 1.3.	Estructura molecular de hidroxietilcelulosa.....	28
Figura 1.4.	Estructura molecular de polietilenglicol	29
Figura 1.5.	Esquema de proceso de fabricación intermitente.....	31
Figura 1.6.	Esquema de proceso de fabricación continua	33
Figura 1.7.	Capas de la piel	39

CAPÍTULO III: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Figura 3.1.	Muestra de aceite titulado y su respectivo blanco para hallar el IS del aceite de oliva.....	57
Figura 3.2.	Resultado de I.S. para cada aceite utilizado.....	58
Figura 3.3.	Proporciones de aceites para cada ensayo de la formulación tipo A	63
Figura 3.4.	Proceso de saponificación de aceite de coco, girasol y soya.	65
Figura 3.5.	Proporciones de aceites para cada ensayo de la formulación tipo B	67
Figura 3.6.	Proporciones de aceites para cada ensayo de la formulación tipo C	70
Figura 3.7.	Proporciones de aceites para cada ensayo de la formulación tipo D	73
Figura 3.8.	Proceso de prueba de detergencia	75
Figura 3.9.	Jabones líquidos obtenidos a partir de las diferentes pastas de jabón.....	89
Figura 3.10.	Medida de la viscosidad.....	93

ÍNDICE DE TABLAS

CAPÍTULO I: MARCO TEÓRICO

TABLA 1.1: Estructura de los principales ácidos grasos saturados e insaturados.....	37
-------------------------------------------------------------------------------------	----

CAPÍTULO III: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

TABLA 3.1: Índice de saponificación (I.S.) de los aceites utilizados	57
TABLA 3.2: Parámetros de saponificación de los aceites utilizados a distintos excesos de hidróxido de potasio.....	60
TABLA 3.3: Estadígrafos descriptivos de los parámetros de saponificación relacionados al pH y la pasta obtenida.....	61
TABLA 3.4: Resultados de obtención de la pasta de jabón para la formulación tipo A	62
TABLA 3.5: Correlación de Pearson (de la formulación A) para la cantidad de aceites y el peso final de pasta de jabón obtenida.....	64
TABLA 3.6: Resultados de obtención de la pasta de jabón para la formulación tipo B.....	66
TABLA 3.7: Correlación de Pearson para la cantidad de aceites (de la formulación B) y el peso final de pasta de jabón obtenida.	68
TABLA 3.8: Resultados de obtención de la pasta de jabón para la formulación tipo C.....	69
TABLA 3.9: Correlación de Pearson para la cantidad de aceites (de la formulación C) y el peso final de pasta de jabón obtenida	71
TABLA 3.10: Resultados de obtención de la pasta de jabón para la formulación tipo D	72
TABLA 3.11: Correlación de Pearson para la cantidad de aceites (de la formulación D) y el peso final de pasta de jabón obtenida.	74
TABLA 3.12: Detalle de las formulaciones para la evaluación de la detergencia según la cantidad de pasta de jabón usado.....	75
TABLA 3.13: Prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo A.....	76

TABLA 3.14: Resumen ANOVA de la prueba de detergencia para determinar cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo A.....	77
TABLA 3.15: Test de Tukey de la prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo A.....	77
TABLA 3.16: Prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo B	78
TABLA 3.17: Resumen ANOVA de la prueba de detergencia para determinar cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo B	79
TABLA 3.18: Test de Tukey de la prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo B	80
TABLA 3.19: Prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo C	81
TABLA 3.20: Resumen ANOVA de la prueba de detergencia para determinar cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo C	81
TABLA 3.21: Test de Tukey de la prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo C	82
TABLA 3.22: Prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo D.....	83
TABLA 3.23: Resumen ANOVA de la prueba de detergencia para determinar cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo D.....	84
TABLA 3.24: Test de Tukey de la prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo D.....	84
TABLA 3.25: Determinación de la cantidad de viscosante en la formulación	85

TABLA 3.26: Resumen ANOVA para la determinación de la cantidad de viscosante para las formulaciones evaluadas.....	86
TABLA 3.27: Test de Tukey para la determinación de la cantidad de viscosante para las formulaciones evaluadas.....	87
TABLA 3.28: Detalle de las formulaciones de jabones líquidos elaboradas a partir de las pastas de jabón A, B, C y D.....	88
TABLA 3.29: Evaluación del porcentaje de álcali libre de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D.....	90
TABLA 3.30: Resumen ANOVA del álcali libre de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D	91
TABLA 3.31: Evaluación del pH de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D	92
TABLA 3.32: ANOVA del pH de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D	93
TABLA 3.33: Evaluación de la viscosidad de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D	94
TABLA 3.34: ANOVA de la viscosidad de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D	95
TABLA 3.35: Determinación del porcentaje de glicerina de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D.....	96
TABLA 3.36: ANOVA del porcentaje de glicerina de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D.....	96
TABLA 3.37: Determinación del porcentaje de detergencia de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D	97
TABLA 3.38: Resumen de los valores de control d calidad fisicoquímico de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D.....	98



RESUMEN

El presente trabajo de investigación denominado: “Formulación, elaboración y control de calidad fisicoquímico de cuatro tipos de jabón líquido con base de aceites vegetales”, tiene como objetivo principal elaborar éstos jabones líquidos a partir de cuatro pastas de jabón, las mismas que fueron obtenidas mediante un proceso de saponificación sobre mezclas de aceites vegetales.

En primer lugar se eligió cinco aceites vegetales diferentes, tomando en cuenta que son los más abundantes, estos fueron: aceite de coco, de oliva, de girasol, de soya y de ricino. Posteriormente se determinó los índices de saponificación de cada aceite, con la finalidad de determinar la cantidad de hidróxido de potasio necesario para saponificar los aceites mencionados.

Se establecieron cuatro mezclas distintas de aceites a ser saponificadas, todas estas mezclas fueron para un total de 50g; la primera de ellas se denominó formulación “tipo A” y estuvo constituida por distintas proporciones de aceite de coco, oliva y ricino, las proporciones variaron entre 15-35g y 5-25g para el aceite coco y oliva respectivamente y el aceite de ricino se mantuvo constante en 10g. La segunda formulación “tipo B”

constituida por aceite de coco, girasol y soya; cuyas proporciones fueron de 18-30g, 7-19g y 1-25g respectivamente, la tercera formulación denominada “tipo C” constituida por aceite de coco y girasol, cuyas proporciones variaron entre 15-35g para ambos aceites; y finalmente la formulación “tipo D” constituida por aceite de soya y ricino cuyas proporciones fueron de 19-40g y 10-30g respectivamente.

Se realizaron múltiples ensayos a fin de determinar los parámetros bajo los cuáles se saponificarían todas las mezclas de aceites vegetales, para ello en primer lugar se determinó la cantidad de hidróxido de potasio que en la práctica permita una saponificación completa con una pasta de jabón resultante con pH relativamente bajo. En este sentido se determinó que un exceso del 5% de hidróxido de potasio es suficiente para obtener una pasta de jabón con un pH alrededor de 8. También se determinó que a mayor temperatura de saponificación (70-80°C) menor tiempo del proceso, que el tiempo de reposo promedio de la pasta es de 15 días. Una vez obtenidos éstos parámetros, se procedió al proceso de elaboración de pastas, y de acuerdo a la cantidad de producto obtenido, se determinó que el aceite de coco y soya repercuten en la cantidad de pasta final obtenida, cuando éstos aceites están en una mezcla de dos junto al de girasol y ricino respectivamente, se llegó a ésta conclusión luego de hacer el análisis de correlación de Pearson a un nivel del 0.05, que se usó con la finalidad de observar el grado de relación entre las variables: i) aceite utilizado y ii) el peso final de la pasta obtenida.

Para la elaboración de los jabones líquidos fue importante determinar cuánto de pasta era necesaria para obtener 100 ml de jabón líquido, de tal modo que ésta permita cumplir la finalidad de todo jabón como limpiar, hidratar, etc. Para ello se realizó una prueba de detergencia que utiliza grasa de pollo para representar la suciedad, luego del análisis estadístico se determinó que 25g de pasta de jabón son suficientes para arrastrar el 80.55% (en promedio) de suciedad.

Luego se formularon y elaboraron a partir de las cuatro pastas de jabón obtenidas, jabones líquidos, se utilizaron las proporciones extremas de los cuatro tipos de pastas, y siendo éstas cuatro, al final se elaboraron 8 jabones líquidos con pastas cuya composición de aceites diferían no solo en cuanto a tipo de aceite sino en proporción de éstos.

Finalmente se realizaron pruebas de control de calidad fisicoquímico a los jabones líquidos obtenidos a partir de las distintas pastas, estas pruebas incluyeron el álcali libre, pH, viscosidad y porcentaje de glicerina. Mediante el análisis de varianza se determinó que entre las distintas formulaciones no existen diferencias significativas a un nivel de confianza del 0.05, esto ayudó a comprobar que, al margen de la pasta utilizada el producto final que se obtiene, mantiene las mismas características de calidad.



ABSTRACT

This research work entitled: "Design, development and physiochemical quality control four liquid soaps based on vegetable oils", whose main aim is to develop these liquid soaps from four pastes soap, the same that were obtained through a saponification process of vegetable oil blends.

First, five different vegetable oils, taking into account that are the most abundant, were elected. They were: coconut oil, olive, sunflower, soybean and castor. Subsequently the saponification index of each oil was determined, in order to determine the amount of potassium hydroxide required to saponify these oils.

Four different oil blends were established to be saponified, all these mixtures were for a total of 50g; The first formulation was called "type A" and was consisted of different proportions of coconut, olive and castor oil, the proportions ranged between 15-35g and 5-25g for coconut and olive oil respectively and castor oil kept 10g constant. The second formulation "type B" consisting of coconut oil, soy and sunflower; whose proportions were 18-30g, and 1-25g 7-19g respectively, the third formulation called "type C" consisting of coconut oil and sunflower, whose proportions varying between 15-35g for both oils; and finally the formulation "D type" consisting of soybean and castor oil whose proportions were 19-40g and 10-30g respectively.

Multiple trials were done to determine the parameters under which all mixtures of vegetable oils get saponified, for that first it was determined the amount of potassium hydroxide which in practice allows complete saponification with a resulting soap paste with relatively low pH. In this sense it was determined that an excess of 5% solution of potassium is sufficient to obtain a paste of soap with a pH around 8. It was also determined that the higher the saponification temperature (70-80 ° C) less the time process, the average rest time of the paste is 15 days. Once obtained these parameters, we proceeded to the process of pasta, according to the amount of product obtained was determined that coconut

oil and soy affects the amount of obtained final slurry, when these oils are in a mixture of two next to sunflower and castor respectively, was reached this conclusion after doing the analysis Pearson correlation at a level of 0.05, which was used in order to observe the degree of relationship between variables: i) oil used and ii) the final weight of the paste obtained.

For the preparation of liquid soaps was important to determine how much of pasta was required to obtain 100 ml of liquid soap, so it allows to fulfill the purpose of all soap as clean, moisturize, etc. To do this, a detergency test was done using chicken fat to represent dirt, then the statistical analysis determined that 25g of soap paste is sufficient to drag the dirt 80.55%.

Then liquid soaps were formulated and developed from the four pastes soap obtained, extreme proportions of the four pastes were used, and these being four end with 8 liquids soaps and biscuits were developed, the composition of oils differed not only in type of oil but in proportion thereof.

Finally physiochemical quality control testing liquid soaps obtained from different pastes were made, these tests included free alkali, pH, viscosity and percentage of glycerin. Through analysis of variance was determined that among the different formulations are not significant at a confidence level of 0.05 differences, this helped ensure that, regardless of the pulp used the final product obtained maintains the same quality characteristics

INTRODUCCIÓN

En la actualidad existen muchos productos para el cuidado de la salud y la belleza. En este grupo se encuentran los jabones, la gran mayoría de estos productos que se comercializan están elaborados con componentes sintéticos dañinos, como los fosfatos, que pueden ocasionar problemas tanto en la piel (resequedad, alergia, etc.) como también en el medio ambiente, ya que el desecho excesivo de los detergentes, como las espumas, dificultan la dilución de oxígeno en el agua; provocan toxicidad en la agricultura al utilizar aguas con restos de detergentes; contaminan la vida acuática; y ocasionan la eutrofización, que hace que proliferen muchas algas, produciendo la disminución del oxígeno necesario para la fauna acuática.

Este hecho motivó al desarrollo de jabones con ingredientes naturales, que se eliminan con facilidad y además brinden beneficios a la piel. Por esta razón, es que en el presente trabajo se propone utilizar aceites vegetales, tales como el de coco, oliva, ricino, soya y girasol para formular 4 tipos de jabón líquido.

Los jabones elaborados con base de aceites, tienen propiedades nutritivas, hidratantes, reparadoras y protectoras para la piel, justamente por la presencia de estos aceites que tienen estas propiedades. Los jabones se elaboraron por un proceso de saponificación, que a partir de la mezcla del aceite con hidróxido de potasio, da como producto el jabón y la glicerina. En la fabricación de jabones industrializados, se extrae la glicerina para venderla como un subproducto ya que es muy utilizada en la industria cosmética. Sin embargo en este trabajo de investigación, se mantuvo la glicerina con la finalidad de aprovechar sus propiedades humectantes y protectoras para la piel.

Una vez obtenidos los jabones líquidos, se les aplicó un control de calidad fisicoquímico, utilizando técnicas establecidas tanto en las normas COVENIN como en la ASTM, con la finalidad de verificar que el pH, álcali libre, viscosidad, etc. se encuentren dentro de los parámetros aceptables y que cumplan las expectativas del usuario, asegurando así la calidad del producto formulado.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

- Formular, elaborar y controlar la calidad fisicoquímica de cuatro tipos de jabón líquido con base de aceites de origen vegetal.

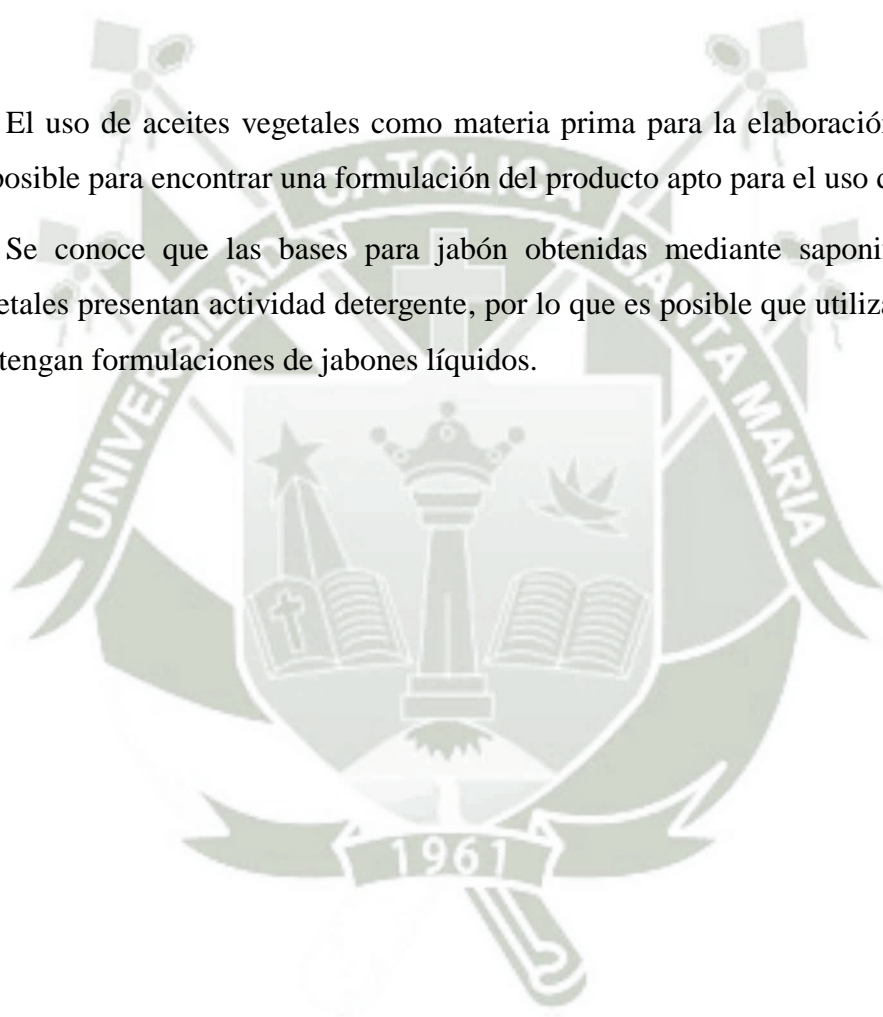
OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obtener cuatro tipos de pasta de jabón para el desarrollo de cuatro tipos de jabón líquido.
- Determinar los parámetros que condicionan la obtención de pasta de jabón mediante saponificación.
- Evaluar la detergencia de las pastas de jabón obtenidas.
- Realizar el control de calidad fisicoquímico de los cuatro tipos de jabón líquido obtenidos.

HIPÓTESIS

El uso de aceites vegetales como materia prima para la elaboración de jabón líquido es posible para encontrar una formulación del producto apto para el uso diario.

Se conoce que las bases para jabón obtenidas mediante saponificación de aceites vegetales presentan actividad detergente, por lo que es posible que utilizando dichas bases se obtengan formulaciones de jabones líquidos.





CAPÍTULO I.

MARCO TEÓRICO

1.1 GENERALIDADES DEL JABÓN

1.1.1 Historia

La historia sobre el descubrimiento y uso del jabón se remonta alrededor del año 3000 a.C. en Roma, donde según una leyenda del río Tíber, el jabón fue descubierto a orillas de este río, en las faldas del monte Sapo. La leyenda explica que el agua de la lluvia con que se lavaba la ropa se mezclaba con la grasa de los numerosos sacrificios animales y las cenizas de madera de los fuegos ceremoniales. Los esclavos notaron sus propiedades para limpiar, primero sus manos y luego las prendas de vestir¹.

Los babilonios, sumerios, hebreos y egipcios, ya utilizaban el jabón, esto se evidencia gracias al estudio de los jarros de arcilla de origen babilónico alrededor de 2800 a.C., cuyas inscripciones describen la mezcla de grasas hervidas con cenizas¹.

En el siglo I, el naturalista e historiador romano Plinio, da a conocer en sus cartas sobre un jabón blando conocido por los antiguos pueblos germanos, y otro jabón más duro utilizado por los galos². Galeno, médico griego del siglo II, sostuvo teorías que fueron fundamentales hasta la Edad Media, él fue el primero en facilitar información sobre el empleo del jabón como medio curativo, para la higiene personal o el lavado de la ropa. También observó que la limpieza tenía un efecto curativo en las enfermedades de la piel¹.

En el siglo VII, en la ciudad italiana de Savona, se empezó a elaborar un jabón a base de aceite de oliva, que también se hacía en España y era conocido como "Jabón de Castilla". La elaboración de jabón floreció en las ciudades costeras del Mediterráneo, favorecidas por la abundante presencia del aceite de oliva y la sosa natural, procedente de las cenizas de las algas marinas. A inicios del siglo XV aparece también el conocido "Jabón de Marsella", preparado con una mezcla de huesos (ricos en potasio) y grasas vegetales³.

En esta misma época de finales de la Edad Media, ocurre la epidemia de la peste negra, y se creía que el baño era una actividad peligrosa, por las creencias de que el agua y la humedad elevaban el contagio³, esto ocasionó que la gente dejara los hábitos de higiene, tanto de la piel como de sus ropa y hogar, y en consecuencia el uso del jabón disminuyó notablemente trayendo consigo la expansión de la epidemia.

Durante todo este tiempo, la fabricación de jabón siguió siendo un arte relativamente primitivo y reducido. Recién en el siglo XVIII, se empezaron a desarrollar técnicas para obtener un jabón más puro, al mismo tiempo que cambió la conciencia de la gente sobre la importancia de la higiene. Es así que en 1783, científicos como Scheele descubrieron una sustancia dulce a la que se llamó *ölsus*, hoy conocida como “glicerina”, al hervir aceite de olivo con óxido de plomo. En 1787, el científico Nicolás Leblanc, obtuvo, un hidróxido metálico soluble en agua, hoy llamado álcali, a partir de la sal de mar y el carbón y por acción del calor¹. A partir de estos trabajos, químicos franceses como Eugene Chevreul, aportaron importantes avances en la elaboración del jabón, que permitieron empezar la industrialización del jabón en 1795, además, los hallazgos de Luis Pasteur demostraron que el aseo personal reducía la expansión de enfermedades³. Todo esto permitió que la fabricación y el uso de jabón se expandieran.

Estos hallazgos revolucionaron la elaboración del jabón, que tuvo una gran demanda después de la Segunda Guerra Mundial. Durante este periodo la gente se dio cuenta de la importancia de utilizar jabón, porque salvó la vida de muchos soldados. Por otro lado, la cultura de la higiene propició la reducción de la muerte¹.

La amplia disponibilidad del jabón hizo que pasara de ser un artículo de lujo a una necesidad diaria. Al generalizarse su uso, vino el desarrollo de jabones más suaves para el baño y el aseo personal y otros para uso del lavado de ropa.

Hasta la Segunda Guerra Mundial, se fabricaba el jabón mezclando grasas o aceites con hidróxido de sodio o potasio; pero en ese entonces había escasez de grasas animales y vegetales, fundamentales para la fabricación del jabón, por lo que los jabones, empezaron a ser sustituidos gradualmente por los detergentes, que son agentes limpiadores sintéticos que se producen a partir de surfactantes como lauril sulfato, secuestradores de agua dura como carbonato de sodio, etileno-diaminatetracetato (EDTA)⁴.

La diferencia entre detergentes y jabones radica en dos factores importantes: i) Los detergentes son capaces de secuestrar los iones de calcio, magnesio y otros minerales presentes en el agua gracias a la presencia de surfactantes que les permiten trabajar en distintas condiciones; por eso son menos sensibles a la dureza del agua, en cambio los jabones reaccionan con los metales y dan como resultado precipitados insolubles; por eso la

eficacia limpiadora de los jabones se reduce con la dureza del agua. ii) Los detergentes mantienen un pH ligeramente ácido, a diferencia de los jabones que tienen una baja acidez debido a la presencia de ácidos grasos que hacen que sus sales con metales alcalinos sean ligeramente básicas ($\text{pH} = 8-9$) y cuando el pH de una disolución de jabón baja debido a la presencia de contaminantes ácidos, los ácidos grasos precipitan⁵.

En la segunda mitad del siglo XX continuó el desarrollo de productos de limpieza químicos y fáciles de usar⁴. Algunas innovaciones fueron los polvos para lavadoras automáticas, los suavizantes de ropa, los detergentes con blanqueador, polvos con enzimas, desmanchadores, detergentes concentrados, y un sinnúmero más de productos con los que se están creando nuevas necesidades a los consumidores.

Pero todo ese desarrollo de productos químicos despertó también la preocupación por sus efectos en el medio ambiente. Aparecieron las primeras plantas de tratamiento de aguas y una mayor conciencia medioambiental puso en desconfianza la inclusión de algunos compuestos químicos dañinos de los detergentes, como los fosfatos, y motivó el desarrollo de los ingredientes biodegradables, que se eliminan con facilidad y pueden ser asimilados por algunas bacterias.

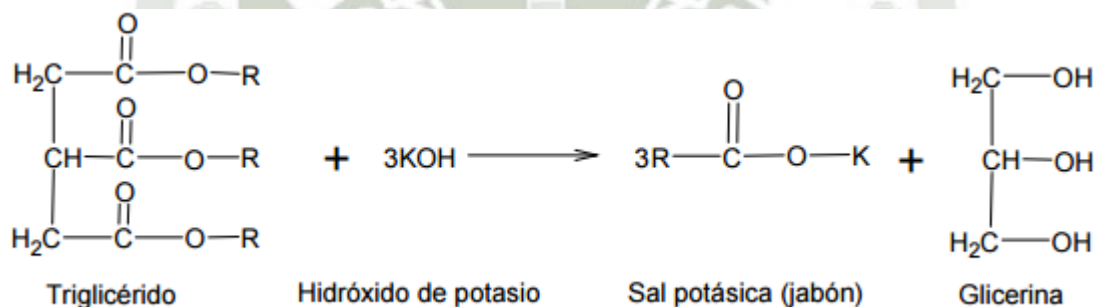
Hoy en día aún se sigue luchando para evitar los problemas ocasionados por el desecho excesivo de los detergentes: espumas, que dificultan la dilución de oxígeno en el agua; toxicidad en la agricultura al utilizar aguas con restos de detergentes; contaminación en la vida acuática; y la eutrofización, que hace que proliferen muchas algas, produciendo la disminución del oxígeno necesario para la fauna acuática.

Se han logrado diferentes avances al respecto, como la elaboración de detergentes ecológicos, pero todavía queda mucho por hacer para que todas las empresas fabricantes de detergentes sean conscientes y cambien sus prioridades para utilizar una química más verde que recupere la esencia de los primeros limpiadores más naturales, como los jabones elaborados con aceites o grasas, y evite la degradación del medio ambiente, que hoy en día se ve tan afectada por las diferentes industrias.

1.1.2 Descripción

Químicamente, el jabón es la sal de sodio o de potasio de un ácido graso, que se forma por la reacción de grasas o aceites con el álcali, éstas son moléculas que liberarán los iones que reaccionan con la cadena de triglicéridos para formar el jabón⁵.

Dos álcalis son los más comunes: i) el hidróxido de sodio o sosa cáustica (NaOH) que libera el ion Na^+ y ii) el hidróxido de potasio o potasa cáustica (KOH) que libera el ion K^+ . El ion alcalino libre, provoca la separación de los ácidos grasos unidos al glicerol. De esta manera los ácidos grasos libres recién creados se unen al sodio o potasio, formando la molécula del jabón. A este tipo de reacción se le conoce como reacción de saponificación⁵, donde la reacción general que se efectúa para la obtención de jabones es la siguiente:

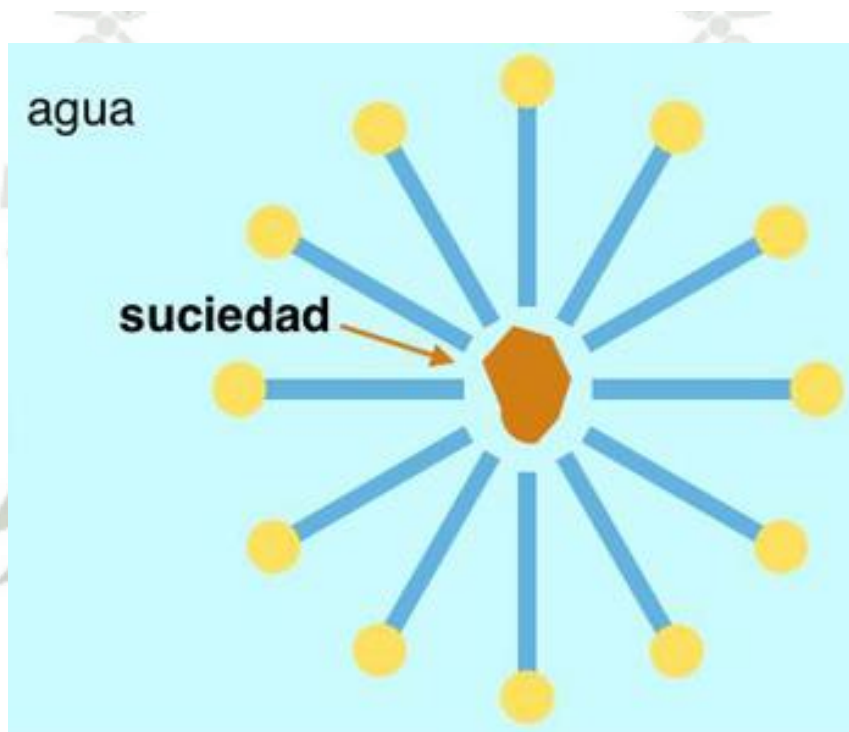


Ecuación 1.1 Reacción de saponificación

De acuerdo a lo expuesto, los jabones son las sales sódicas o potásicas de ácidos grasos, y una de sus propiedades es que tienen la capacidad de alterar la tensión superficial del agua, que es la disminución de la atracción de las moléculas de agua entre sí en la superficie; por esta razón se considera al jabón como un agente tensioactivo.

Los jabones tienen una estructura molecular que actúa como un enlace entre el agua y las partículas de suciedad. La molécula produce este efecto porque uno de sus extremos es iónico, hidrófilo, o polar, siendo así el extremo soluble; el otro extremo es no iónico, hidrófobo o apolar y atraído por las sustancias no solubles en agua, como las grasas. Esta estructura le permite al jabón, formar un anillo, llamado micela, alrededor de la suciedad, además le permite reducir la tensión superficial del agua, adherir y hacer solubles en agua sustancias que normalmente no lo son⁵, cumpliendo así su acción limpiadora.

Fuente: Tomado de *Fernando Gomollón Bel* ⁶

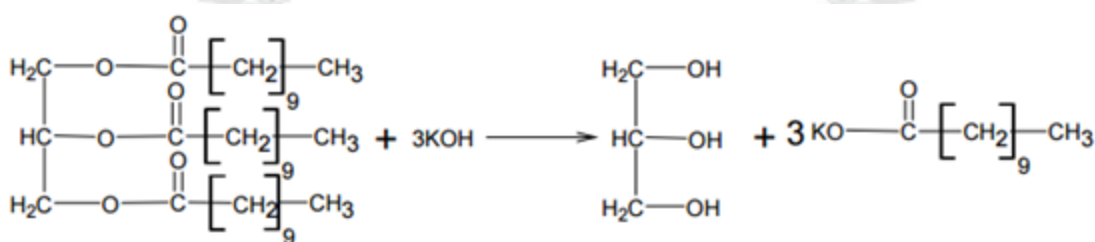


*Fuente: Tomado de Fernando Gomollón Bel*⁶

1.2.1 Saponificación

Publicación autorizada con fines académicos e investigativos
En su investigación no olvide referenciar esta tesis

Muchos ácidos carboxílicos se encuentran en los productos naturales, pero no como ácidos libres, sino combinados con alcoholes, generalmente glicerina, en forma de ésteres. Es así que la mayor parte de las grasas naturales son ésteres de la glicerina con ácidos carboxílicos alifáticos de cadena larga, por lo que se les llama ácidos grasos⁷. Por saponificación de estas grasas en una disolución acuosa de un álcali, como el hidróxido de sodio o potasio, se obtienen los jabones, que son las sales alcalinas de los ácidos grasos de cadena larga. Por ejemplo, la saponificación de la palmitina, que es el éster de la glicerina y el ácido palmítico, permite obtener palmitato de sodio y glicerina.



Ecuación 1.2. Saponificación del ácido láurico

1.2.1.1 Síntesis de la Reacción de Saponificación

La reacción de saponificación sucede en tres fases o etapas⁸:

- En la primera el triglicérido se convierte en diglicérido.
- En la segunda, el anterior pasa a monoglicérido
- En la tercera fase se forma glicerina.

Estas tres reacciones no se observan ordinariamente en la elaboración del jabón, pero la reacción siempre ocurre formándose; primero un triglicérido no saponificado, segundo un diglicérido no saponificado, y tercero un monoglicérido no saponificado, quedando por último la glicerina libre.

Cuando se saponifica con hidróxidos de hierro, calcio, magnesio, plomo, cobre y otros metales, se obtienen jabones insolubles que no tienen acción detergente.

1.3 Materias primas usadas para la elaboración de jabón

En la fabricación del jabón, las características físicas y químicas del producto dependen directamente de las materias primas empleadas, a continuación se describe las más importantes para obtener jabón por saponificación:

1.3.1 Álcalis

Se usan, principalmente, dos álcalis en la producción de jabón, que son: i) el hidróxido sódico, también llamado lejía o sosa cáustica, y ii) el hidróxido de potasio o potasa cáustica. Son químicos alcalinos fuertes, reaccionan violentamente con ácidos, son corrosivos para varios materiales incluyendo el tejido humano. Los jabones con hidróxido de sodio son sólidos, mientras que los que contienen hidróxido de potasio son líquidos. Los jabones potásicos son más blandos en el agua que los de sodio y por tanto se denominan jabones blandos⁹. Los jabones blandos o de potasio se emplean para hacer soluciones de jabón, es decir, jabón líquido.

La saponificación con hidróxido de potasio, produce jabones más suaves y de mayor solubilidad que los jabones de sodio, por lo que necesitan menos agua para la licuificarse, al mismo tiempo pueden contener mayor cantidad de agentes limpiadores que los jabones basados en sodio¹⁰.

El hidróxido de potasio es higroscópico, absorbe humedad atmosférica⁵, por lo tanto, hay que tener mucho cuidado con el almacenamiento y mantener los envases siempre cerrados; el contacto con la humedad o el agua pueden generar desprendimiento de calor, es decir, una reacción exotérmica. Para mayor seguridad, es recomendable usar guantes y gafas protectoras durante la manipulación y el mezclado de soluciones, así como durante la mezcla del propio jabón.

El aspecto del hidróxido de potasio es sólido o escamoso, inodoro, con un pH alcalino de 14, tiene un peso molecular 56.1g, punto de fusión de 406°C y punto de ebullición de 1327°C⁹.

1.3.2 Grasas y Aceites.

Entre las materias primas más utilizadas se encuentran: aceite de oliva, aceite de algodón, aceite de coco, manteca de cerdo y grasa de vacuno ^{3,7}.

Los ácidos grasos más convenientes para la elaboración de jabones son¹¹: el ácido láurico, mirístico, palmítico y oleico, que contienen de 12 a 18 carbonos. Estos ácidos, los cuales son ácidos saturados excepto el oleico, y el aceite de coco, forman la mayor parte de la materia grasa.

Los jabones vegetales son más blandos que los animales y por ello, su período de conservación es menor. Sin embargo, su espuma es más rica y suave. Una de las ventajas de trabajar con aceites vegetales en lugar de hacerlo con grasa animal es que no hay que derretirlos. La gran mayoría de los aceites vegetales, por no decir todos, que se comercializan en la actualidad están purificados y preparados para su uso. El inconveniente es que suelen ser más caros que las grasas animales ¹².

El aceite a elegir dependerá de la calidad y el carácter que se quiera dar al producto final. La mayoría de los fabricantes de jabón vegetal usan como aceite base, aceite de coco o de palma, ya que es abundante y relativamente barato. Otros aceites, como los de germen de trigo u oliva, que son más caros, se añaden a la base para mejorar la calidad del jabón¹². El carácter, textura y propiedades del producto final dependerán de los tipos de aceites y aditivos que se mezclen con el aceite de base.

Cada aceite o grasa tiene un valor o índice de saponificación (SAP), que es la cantidad de hidróxido potásico o sódico en miligramos, necesaria para saponificar 1 g de aceite o grasa. Cada aceite o grasa tiene un valor SAP distinto^{13,14}. Por lo tanto, para saponificar distintos aceites y grasas se necesitan cantidades diferentes de hidróxido potásico.

1.3.3 Agua

Es recomendable utilizar agua destilada siempre que sea posible, ya que el agua del caño es demasiado dura y contiene demasiado magnesio y calcio que produce sales ácidas y grasas insolubles. El agua blanda debe ser baja en hierro, en magnesio y en calcio,

puesto que las sales de hierro expuestas a un pH elevado se vuelven marrones debido a la formación de hidróxidos de hierro, un precipitado gelatinoso⁵. La formación de estos hidróxidos de hierro también consumirá parte de la solución de lejía.

1.3.4 Hidroxietilcelulosa (Natrosol™)

La hidroxietilcelulosa es un polvo blanco, inodoro, insípido, fluido y bastante hidróscopico. Por su carácter hidrofílico, tiene buenas propiedades para formar geles y brindar alta viscosidad¹⁴. Es bastante usado en la industria de los detergentes, porque actúa como un buen viscosante y también porque actúa como inhibidor de la redeposición de grasa en las telas después de que ha sido eliminada por el detergente.

La consistencia que se obtiene al usar Hidroxietilcelulosa depende de la concentración empleada, en concentraciones del 0,5-1% se forman hidrogeles fluidos; al 2% son semifluidos y al 3% son semisólidos de consistencia media¹⁴.

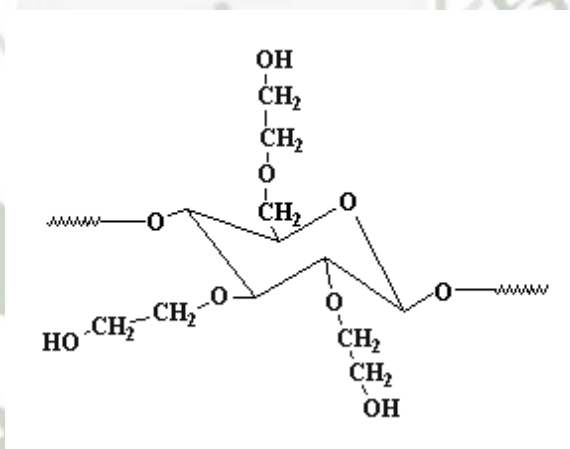


Figura 1.3. Estructura molecular de hidroxietilcelulosa

Fuente: Tomado de Universidad de Granada, Departamento de Ingeniería Química¹⁵.

1.3.5 Polietilenglicol (PEG 400)

Es un polímero de condensación de óxido de etileno y agua. Es un líquido límpido, transparente, viscoso, prácticamente incoloro e inodoro. Es estable, hidrofílico, e

inocuo para la piel¹⁶. Prácticamente no penetran en la piel, pero al ser solubles en agua se eliminan fácilmente por simple lavado, por eso su uso como excipiente. Se aplica como agente tensioactivo en los alimentos y cosméticos; son usados en farmacia, en biomedicina, como agentes dispersantes y disolventes.

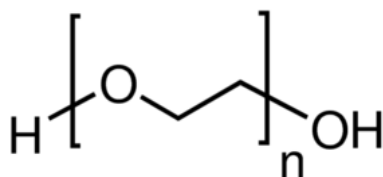


Figura 1.4. Estructura molecular de polietilenglicol

Fuente: Tomado de Biblioteca virtual de desarrollo sostenible y salud ambiental¹⁷

1.3.6 Colorantes

Los colorantes son sustancias encargadas de aportar color al jabón, a fin de mejorar la presentación y hacerlo más agradable a la vista.

Deben incluirse colorantes que no afecten las propiedades del producto final y que tenga capacidad de disolverse. Deben estar en armonía con el perfume. Ambos pueden significar el éxito o fracaso de una formulación ya que es lo primero que percibe el usuario. Se puede emplear colorantes alimentarios o cosméticos¹⁸.

Los colorantes pueden ser de origen natural, es decir, derivados de alguna sustancia extraída de algún ser vivo, como el ácido carmínico, extraído de la cochinilla, de origen vegetal como la clorofila o algas (para el verde), el pimentón (rojo anaranjado), etc. son menos estables en el jabón y con el tiempo se degradan. El caramelo, cacao o el café (para los marrones) son más estables. También pueden ser de origen artificial, es decir, sintetizados en el laboratorio, estos son los más habituales. Es importante que sean resistentes al pH elevado de los jabones en su momento de elaboración¹⁸. En algunos casos el color varía completamente a la acción cáustica y en otros vuelve a su color natural cuando el jabón baja su pH.

1.3.7 Fragancias

Son las encargadas de aportar olor al jabón, ya que muchos excipientes, principios activos y aditivos, tienen olores desagradables. Su función es enmascarar el olor del resto de componentes de la formulación, brindando al producto final su propio olor.

Además, el buen olor de los jabones es un incentivo para su venta y uso. El olor debe corresponderse con el color del jabón, debe ser totalmente soluble en el excipiente principal y compatible con el resto de componentes del cosmético así como con el envase.

1.4 Métodos de fabricación

Existen dos métodos básicos para la fabricación de jabones a nivel industrial:

i) Neutralización de ácidos grasos y ii) Saponificación de grasas neutras.

Además existen diferentes métodos modificados que se usan a nivel de laboratorio, que se describirán más adelante.

1.4.1 Fabricación de jabón por neutralización de ácidos grasos

Los ácidos grasos se obtienen por hidrólisis de las grasas y aceites. Los productos de la hidrólisis son ácidos grasos y agua dulce que contiene la glicerina¹⁹. Pueden utilizarse ácidos grasos destilados para la fabricación de jabones especiales. Los ácidos grasos sin destilar se suelen emplear en jabones para lavado de ropa.

El proceso de fabricación por éste método, ocurre en dos etapas: i) la primera etapa usa presiones altas de 5MPa y temperaturas altas de 250°C, el resultado es la obtención de glicerol y ácidos grasos a partir de grasas y aceites. Éstos ácidos grasos obtenidos, se purifican y se destilan para ser usadas en la siguiente etapa. ii) Los ácidos grasos son neutralizados con bases como hidróxido de sodio o potasio o carbonato de sodio anhidro²⁰. Finalmente se obtiene como producto el jabón.

1.4.2 Fabricación de jabones con grasas neutras

1.4.2.1 Fabricación intermitente con materias grasas neutras

A) Método de la cocción total

El método de la caldera o de cocción total consta de varios tiempos u operaciones, mediante los cuales se efectúa²¹:

- Saponificación de materias grasas.
- Precipitación del jabón en la lejía (o restos de jabón de un proceso anterior)
- Separación de la glicerina de la masa jabonosa por el lavado.
- Acabado por cocción para dar el punto a la masa de modo que por el reposo forme un jabón limpio.

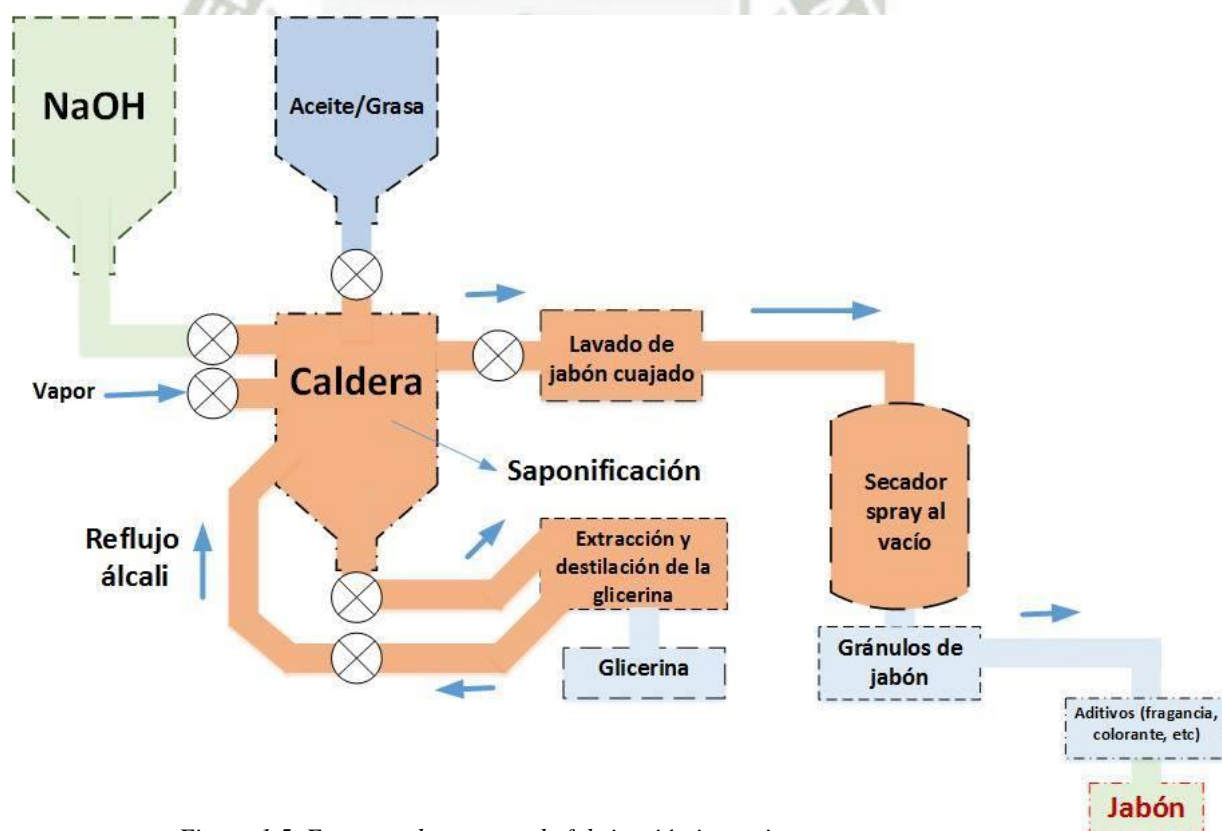


Figura 1.5. Esquema de proceso de fabricación intermitente

Fuente: Tecnologías de jabones, grasas y aceites. Wilmer Borrás²³

Las calderas utilizadas en el proceso de cocción total varían en tamaño considerable, según las exigencias de la producción. Las calderas pueden ser de sección transversal, circular o cuadrada, pero generalmente se emplean tanques cilíndricos con fondo cónico²².

El proceso consiste en mezclar las grasas y aceites con el hidróxido de sodio en la caldera. Es importante que los restos de jabón y sal de procesos anteriores permanezcan en la caldera ya que ayudan a la formación de una emulsión en la mezcla. La mezcla se hierve usando vapor de alta presión y temperatura proveniente de los inyectores dentro de la caldera. Cuando la reacción de saponificación ya ha ocurrido, se añade salmuera caliente (solución saturada de sal) y vapor, esto con el fin de separar el jabón de la glicerina, como la sal es electrolito, reduce la solubilidad del jabón en la fase acuosa o lejía, por lo que el jabón se separa de la solución¹⁹. Esta mezcla se deja asentar por varios días, luego se va recogiendo gradualmente la pasta de jabón en la superficie. La parte acuosa que se encuentra bajo la capa de pasta de jabón, contiene el glicerol disuelto, que posteriormente será removido y se reciclará la salmuera.

La glicerina se extrae por neutralización del álcali remanente y luego la solución se destila para separarla del agua²⁰. La pasta de jabón obtenida, se lava con agua para retirar el exceso de sal y álcali, luego se seca en un secador de spray al vacío.

1.4.2.2 Fabricación continua con materias grasas neutras

A) Método de Sharples

En este método se usan centrifugas de gran velocidad para separar la lejía del jabón.

El método comprende²²:

- Saponificación
- Lavados
- Acabado y lavado

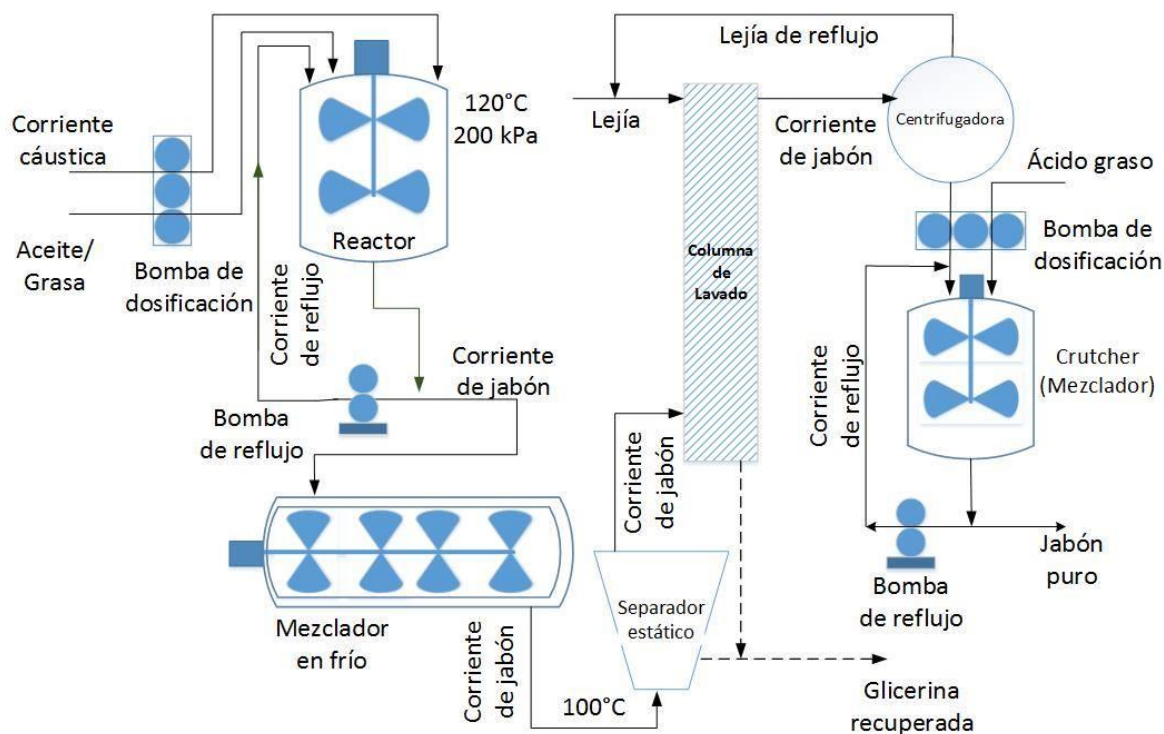


Figura 1.6. Esquema de proceso de fabricación continua

Fuente: Tecnologías de jabones, grasas y aceites. Wilmer Borrás²⁴

Una mezcla caliente de grasa y aceite junto con lejía caliente de hidróxido de sodio se bombea continuamente en una cámara cerrada de saponificación, la cual se mantiene llena de una mezcla caliente de lejía y grumos de jabón, provenientes de un proceso anterior. Los materiales frescos que entran en la cámara, reaccionan y desalojan iguales cantidades de la mezcla de lejía y de jabón. Esta se enfría y se centrifuga separándola del sistema la lejía gastada²². El proceso da un jabón limpio de buena calidad.

B) Método Mon Savon

Este método comprende²²:

- Saponificación
- Lavado para la extracción de glicerina de los grumos de jabón
- Acabado

En la etapa de la saponificación, cantidades exactamente proporcionales de materias grasas y de solución de hidróxido de sodio se juntan en un homogeneizador de gran velocidad. La emulsión de agua en aceite que se forma, se descarga en una cámara caliente provista de camisa de vapor, donde la reacción se verifica rápidamente. La saponificación es completa, cuando la masa deja la cámara de reacción y cae en un tanque auxiliar.

El lavado del sistema Mon Savon se hace en una torre cilíndrica dividida en cuatro compartimientos. Cada uno de éstos tiene una zona de mezcla y una zona de sedimentación. En la primera etapa se mezclan los grumos de jabón con la salmuera, y en la segunda se separa y sedimenta la salmuera. Se opera en contracorriente; el jabón crudo, procedente de la etapa de saponificación entra en la torre por el fondo y la salmuera entra por la parte superior para la extracción de la glicerina. Al ascender el jabón se mezcla con la salmuera, la cual lo lava y se lleva la glicerina. Por medio de bombas se mantiene la corriente apropiada de salmuera²¹. El jabón en grumos procedente de la torre Mon Savon se elabora continuamente mediante la adición de agua. El jabón elaborado se descarga en un tanque de sedimentación y se procede con el acabado.

1.4.3 Fabricación de jabón por procedimientos modificados

1.4.3.1 Procedimiento sin caldeo

En este proceso, el calor generado por la reacción térmica producida entre las grasas y el álcali, son utilizados para llevar a su término el proceso de saponificación. La materia grasa se calienta hasta la temperatura conveniente y se mezcla con el hidróxido. Se deja la mezcla en un recipiente aislado, en la que la reacción de saponificación se produce lentamente²². Este método no produce jabones de alta calidad porque en la masa del jabón queda algo de materia grasa no saponificada.

1.4.3.2 Procedimiento de autoclave

El hidróxido reacciona con la materia grasa a temperatura y presión elevada, se agita la mezcla bombeándolas en serpentina calentados exteriormente. En esas condiciones la saponificación es muy rápida.

La masa caliente se somete a expansión instantánea en una cámara de vacío, en la que caen las partículas de jabón, y gran parte de la glicerina y la humedad se elimina en fase de vapor. La glicerina se condensa de la mezcla de vapores y se recoge. Por razón de la elevada temperatura aplicada, los jabones producidos por este método suele ser más oscuros que los de caldera obtenida con iguales materias primas²¹.

1.4.3.3 Procedimiento de semicocción

Es aquel en el cual las materias grasas se mezclan con una cantidad de solución de hidróxido de sodio o potasio, suficiente para saponificarla por completo, se realiza mediante agitación y calentamiento.

La mezcla y el calentamiento se pueden efectuar en un tanque mezclador de doble chaqueta o con camisa de vapor. En la masa del jabón se deja la glicerina²².

1.5 GRASAS NEUTRAS Y ÁCIDOS GRASOS

1.5.1 Generalidades de los lípidos

Son un conjunto muy heterogéneo de biomoléculas orgánicas formadas por carbono, hidrógeno y oxígeno, en algunos casos también fósforo y nitrógeno ⁽²⁵⁾. Las características que tienen en común es que son insolubles en agua, y muchos de ellos forman micelas, por ejemplo los ácidos grasos y fosfolípidos. Son solubles en disolventes orgánicos apolares como acetona, cloroformo, etc., son menos densos que el agua por lo que flotan sobre él.

Los lípidos se clasifican en dos grandes categorías ²⁶:

- i) Los no saponificables: no contienen ácidos grasos en su estructura molecular, dentro de los cuales se encuentran los terpenos o isoprenoides, y los esteroides.

- ii) Los saponificables: contienen ácidos grasos en su estructura, a su vez se dividen en grasas neutras o acilglicéridos, céridos, lípidos complejos o de membrana (glicerolípidos y esfingolípidos) y eicosanoides (prostaglandinas)

1.5.2 Ácidos grasos

Están formados por un grupo carboxilo como grupo funcional y una larga cadena hidrocarbonada. Son constituyentes de moléculas más grandes, como grasas neutras o acilglicéridos, fosfolípidos, etc. Su estructura y características varían de acuerdo a la fuente de donde provienen, sean estos animales o vegetales, con un número par de átomos de carbono y un radical carboxilo.

La parte que contiene el grupo carboxilo tiene carga negativa en contacto con el agua, es decir, libera un H^+ por lo que representa carácter ácido. El resto es apolar e hidrófobo y como ésta parte es mayor, no se disuelven en el agua²⁷. Tienen carácter débilmente anfipático, ya que el grupo $COOH$ es hidrófilo y la cadena hidrocarbonada es hidrófoba.

Los ácidos grasos predominantes pueden ser de cadenas saturadas o insaturadas:

- Ácidos grasos saturados:

No tienen dobles enlaces, contienen en su estructura enlaces simples carbono-carbono, son menos reactivos que los ácidos insaturados; los ácidos grasos saturados poseen un punto de fusión que aumenta con la longitud de la cadena y alguno de estos son sólidos a temperatura ambiente²⁵. Los enlaces entre las moléculas son muy débiles pero muy numerosos, por ejemplo: palmítico de 16 carbonos, esteárico 18 carbonos.

- Ácidos grasos insaturados:

Presentan dobles enlaces, posee una gran reactividad química a medida que aumenta el número de dobles enlaces. Las interacciones intermoleculares son muy débiles y menos numerosas, debido a que las cadenas hidrocarbonadas tienen formas más irregulares y es más difícil establecer estos enlaces²⁶.

TABLA 1.1: Estructura de los principales ácidos grasos saturados e insaturados

N° de C	Nombre común (Ácido)	Nombre sistemático (Ácido)	Símbolo	Estructura
4	Butírico	Butanoico	4:0	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{-COOH}$
6	Caproico	Hexanoico	6:0	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{-COOH}$
8	Caprílico	Octanoico	8:0	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{-COOH}$
10	Cáprico	Decanoico	10:0	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{-COOH}$
12	Laurico	Dodecanoico	12:0	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{-COOH}$
14	Mirístico	Tetradecanoico	14:0	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{-COOH}$
16	Palmítico	Hexadecanoico	16:0	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{-COOH}$
18	Esteárico	Octadecanoico	18:0	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{-COOH}$
18	Oleico	9-octadecenoico	18:1	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{-CH=CH-(CH}_2)_7\text{-COOH}$
18	Linoleico	9,12-octadecenoico	18:2	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{-CH=CH-CH}_2\text{-CH=CH-}$ $(\text{CH}_2)_7\text{-COOH}$
18	Linolénico	9,12,15-octadecenoico	18:3	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH=CH-CH}_2\text{-CH=CH-CH}_2\text{-}$ $\text{CH=CH-(CH}_2)_7\text{-COOH}$

Fuente: Tomado y modificado de Guillén, E. Clasificación de los lípidos. 2002.

1.5.3 Grasas neutras

Son grasas y aceites, formados predominantemente por triésteres de ácidos grasos y glicerol, llamados comúnmente triglicéridos. Son insolubles en agua y solubles en la mayoría de los solventes orgánicos²⁷. Son menos densos que el agua y a temperatura ambiente varían de consistencias desde líquidos a sólidos.

Dependiendo del número de insaturaciones en las cadenas de ácidos grasos, las grasas neutras pueden ser sólidas, semisólidas o líquidas a temperatura ambiente. Según esto se clasifican en²⁸:

- i) Grasas: son los sebos y mantecas, son sólidos a temperatura ambiente, los ácidos grasos que lo componen son, en gran porcentaje, saturados.

ii) Aceites: son líquidos a temperatura ambiente, los ácidos grasos que lo componen son en gran parte, insaturados.

Los aceites y grasas que contienen un elevado porcentaje de ácidos grasos saturados, se saponifican con hidróxido de sodio, produciendo jabones duros. En cambio los aceites que contienen mayor porcentaje de ácidos grasos insaturados, como el aceite de lino, aceite de semilla de algodón, girasol, se saponifican con hidróxido de potasio y dan lugar a los jabones blandos²⁷.

El sebo que se emplea en la fabricación de jabón es de calidad distinta, desde la más baja correspondiente al sebo obtenido de los desperdicios (utilizada en jabones baratos) hasta sebos comestibles que se usan para jabones finos de tocador. Si se utiliza sólo sebo, se consigue un jabón que es demasiado duro y demasiado insoluble como para proporcionar la espuma suficiente, y es necesario, por lo tanto, mezclarlo con aceite de coco. Si se emplea únicamente aceite de coco, se obtiene un jabón demasiado insoluble para utilizarlo en agua fresca; sin embargo, hace espuma con el agua salada, por lo que se usa como jabón marino²⁸.

1.6 GENERALIDADES DE LA PIEL

1.6.1 Características de la piel

La piel es el órgano más grande del cuerpo humano y uno de los más importantes, tanto por su tamaño como por sus funciones. Tiene una superficie de alrededor de 2m^2 y un peso de 4 kg^{29} . La piel sana es una barrera contra agresiones mecánicas, químicas, tóxicas, calor, frío, radiaciones ultravioleta y microorganismos patógenos. Además, es esencial para el mantenimiento del equilibrio de fluidos corporales, actuando como barrera ante la posible pérdida de agua, el mantenimiento del equilibrio térmico y la transmisión de una gran cantidad de información externa que accede al organismo por el tacto, la presión, temperatura y receptores del dolor.

1.6.2 Capas de la piel

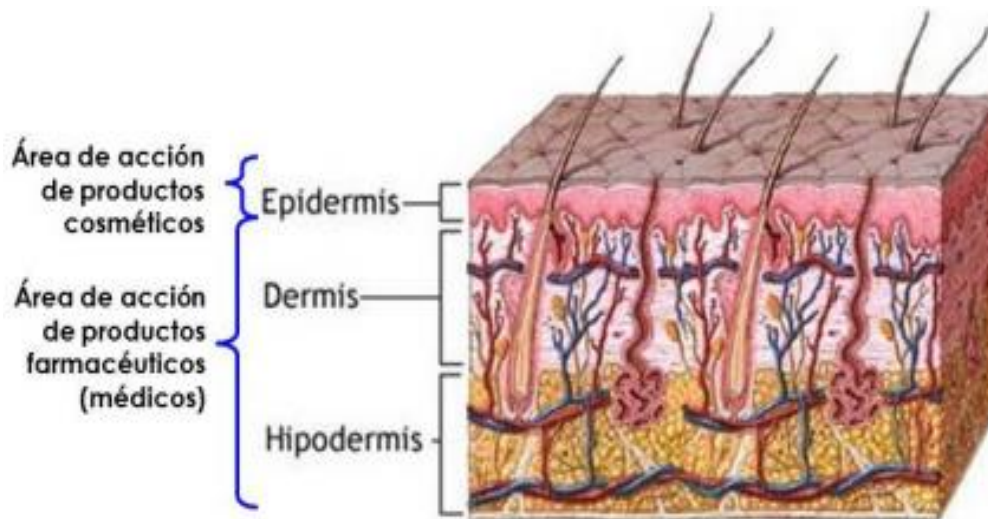


Figura 1.7. Capas de la piel

Fuente: © Snapgalleria³⁰

1.6.2.1 Epidermis

La epidermis es un epitelio plano poli estratificado y queratinizado que cubre toda la superficie corporal. Es la capa de la piel con mayor número de células y con mayor dinámica de recambio. Presenta un espesor variable, de 0.1 mm en promedio, y en zonas como las plantas de los pies y las palmas de las manos alcanza hasta 1 o 2 mm³¹. Está normalmente compuesta por cuatro capas diferentes que desde el exterior hacia el interior son: i) capa córnea (*stratum corneum*), ii) capa granular (*stratum granulosum*), iii) capa espinosa (*stratum spinosum*), iv) capa basal (*stratum basale*). En las zonas donde se presenta mayor grosor, la epidermis tiene una quinta capa: v) capa lúcida (*stratum lucidum*), que está situada entre la capa córnea y la granular.

La epidermis está formada por diferentes tipos de células³²:

- i) Queratinocitos, tienen la capacidad de sintetizar queratina, que son un grupo de proteína estructural insolubles en agua y con una gran resistencia a los cambios de pH y a elevadas temperaturas. Se subdividen en dos grupos: i) las queratinas duras o α (alfa) que forman parte del pelo y uñas; y ii) las

queratinas blandas o β (beta) que son el elementos esencial de la capa córnea. Constituyen el 80% de las células epidérmicas.

- ii) Melanocitos, que constituyen alrededor del 10% de las células epidérmicas y están encargadas de la síntesis de melanina, pigmento que da color a la piel y protección frente a los rayos ultravioletas (UVA).
- iii) Células de Langerhans, que son células provenientes de la médula ósea, emigradas a la piel y forman parte del sistema inmunitario, por esto la piel cumple la función de defensa inmunitaria.
- iv) Células de Merkel, son células sensoriales, ubicadas en el estrato basal y contactan con terminaciones de neuronas sensoriales para transmitir información de tacto.

1.6.2.2 Dermis

La dermis está situada por debajo de la epidermis, es la estructura de soporte de la piel y le proporciona resistencia y elasticidad. Está formada básicamente de tejido conectivo fibroelástico.

Se divide en dos capas, que desde el exterior al interior son: i) La capa papilar (*stratum papillare*) ii) La capa reticular (*stratum reticulare*)³¹. La capa papilar presenta proyecciones hacia el interior de la epidermis llamadas papilas dérmicas, en éstas papilas se encuentran las asas capilares (sistema circulatorio) que proporcionan los nutrientes a la epidermis avascular, esta capa también contiene numerosas terminaciones nerviosas, receptores sensoriales y vasos linfáticos. La capa reticular es más gruesa que la papilar, y presenta un entramado o retícula de fibras colágenas que forman gruesos haces entrelazados con haces de fibras elásticas. Esta estructura es la que proporciona elasticidad y capacidad de adaptación a movimientos y cambios de volumen.

Las células de la dermis son³³:

- i) Fibroblastos, sintetizan y liberan los precursores del colágeno, elastina y proteoglucanos para construir la matriz extracelular.

- ii) Macrófagos, capacidad para la fagocitosis de bacterias, cuerpos extraños, defensas locales del cuerpo contra la invasión bacteriana.
- iii) Mastocitos o células cebadas, compuestos por heparina o la histamina con propiedades anticoagulantes y vasodilatadoras.

Además también se encuentran los linfocitos, células plasmáticas, eosinófilos y monocitos.

La matriz extracelular o sustancia fundamental, es el espacio libre entre los elementos celulares y fibrosos, está compuesto con un fluido gelatinoso en el que las células se pueden mover libremente. Está compuesta principalmente por proteoglicanos (heteropolisacáridos y proteínas), que debido a su gran capacidad de absorción de agua, forman una materia pegajosa y gelatinosa, que sirve como elemento de unión entre el resto de elementos tanto celulares como fibrosos³².

1.6.2.3 Hipodermis o tejido subcutáneo

Está formada por tejido adiposo, por lo que también se le denomina grasa subcutánea o panículo adiposo, es la continuación del tejido conectivo de la dermis y por donde circulan vasos y nervios. El tejido subcutáneo sirve de almacén de energía, además de aislante térmico y de protector mecánico frente a golpes³⁴.

1.7 CLASIFICACIÓN DE JABONES

Las propiedades del jabón, sobre todo las físicas, varían según las materias primas empleadas en su fabricación, por esta razón se puede encontrar varias clases de jabones. La eficacia del jabón para eliminar la suciedad depende no solo de las grasas que intervienen en la fabricación, sino de las condiciones de su producción, es decir, de la temperatura, cantidad del álcali añadido y la concentración formada del jabón¹⁴.

A los jabones se les puede conferir, aparte de las propiedades de limpieza e higiene, propiedades adicionales como por ejemplo: humectante, suavizante, reparadora, emoliente y nutritiva, que se logran gracias a la adición de otros agentes como^{35,36}.

- Extractos de caléndula (*Calendula officinalis*) tiene propiedad emoliente y antiséptico.
- Extractos de avena (*Avena sativa*) tiene propiedad humectante y emoliente.
- Extractos de rosas (*Rosa spp*) tiene propiedad suavizante.
- Extractos de macadamia (*Macadamia ternifolia*) tiene propiedad nutritiva y regenerativa.

1.7.1 Clasificación

1.7.1.1 Jabones duros

Se fabrican con aceites y grasas que contienen un elevado porcentaje de ácidos grasos saturados, se saponifican con el hidróxido de sodio y dan como resultado jabones de consistencia dura y compacta, suelen ser de color blanco o ligeramente amarillento. Si su elaboración no es cuidadosa, pueden contener restos de hidróxido de sodio¹⁹.

1.7.1.2 Jabones blandos

Son jabones semifluidos que se producen con ácidos grasos insaturados, como aceite de lino, aceite de semilla de algodón, aceite de coco, oliva; en general, aceites vegetales, los que se saponifican con hidróxido de potasio; y dan como resultado jabones de consistencia blanda y untuosa al tacto, de color amarillento, traslúcido¹⁹.

A) Jabón líquido

Son jabones blandos disueltos en agua, alcohol, glicerina o mezcla de estas sustancias, adicionados o no con esencias que les den olor agradable²¹.

- Ventajas del jabón líquido

El jabón líquido es más higiénico que el jabón de barra, ya que el usuario tiene contacto solo con la dosis que usará, con el jabón de barra, varios usuarios tienen contacto con la misma superficie del jabón y esto podría provocar una cadena de transmisión de

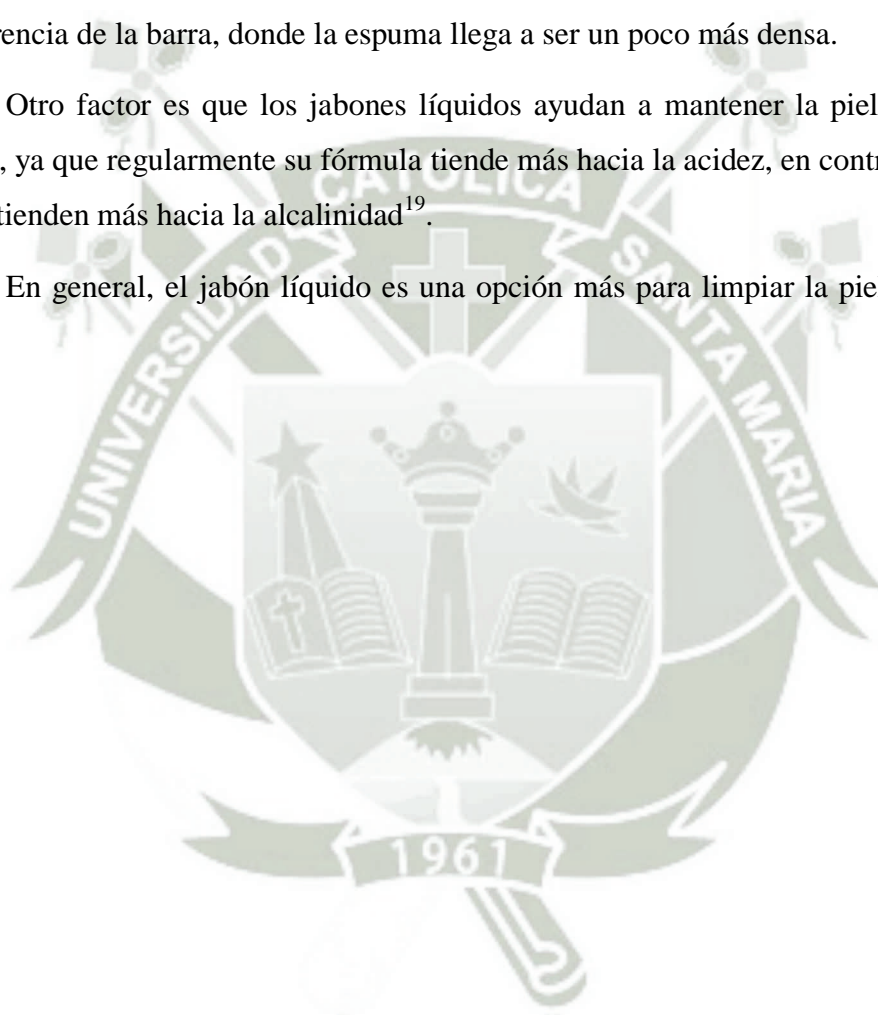
bacterias. Por esta razón, sobre todo en lugares públicos, se recomienda usar jabones líquidos puesto que es más limpio, porque no ensucia las superficies donde se ubica, en contraste con los de barra.

- **Ventajas del jabón líquido sobre la piel**

Los ingredientes del jabón líquido, tienden a ser más suaves para la piel y con una espuma más ligera, por lo que el enjuague es más fácil y no se queden residuos en la piel, a diferencia de la barra, donde la espuma llega a ser un poco más densa.

Otro factor es que los jabones líquidos ayudan a mantener la piel con un pH balanceado, ya que regularmente su fórmula tiende más hacia la acidez, en contraste con las barras que tienden más hacia la alcalinidad¹⁹.

En general, el jabón líquido es una opción más para limpiar la piel de manera más suave.





CAPÍTULO II

MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 MATERIALES Y REACTIVOS

Los materiales y reactivos utilizados para realizar esta investigación, fueron los que se describen a continuación:

2.1.1 Materiales y equipos

Se utilizaron los siguientes materiales y equipos de laboratorio:

- Balón esmerilado de 250mL
- Refrigerante esmerilado
- Probetas
- Pipetas
- Bureta de 25mL
- Matraces (125mL, 250mL)
- Soporte universal
- Pinzas para soporte universal
- Matraces Kitasato
- Embudo Buchner
- Papel filtro
- Beakers de 100mL, 250mL, 500mL, 1000mL
- Lunas de reloj
- Magnetos
- Baguetas
- Peras de decantación
- Embudo de vidrio
- Fiola
- Rejilla
- Espátula
- Crisol
- Trípode
- Gotero
- Pizetas o frascos lavadores
- Hot plate

- Mantas de calentamiento
- Balanza
- Batidora
- Potenciómetro
- Viscosímetro

2.1.2 Reactivos y sustancias

Los reactivos y sustancias utilizadas fueron los siguientes:

- Hidróxido de potasio
- Etanol 95°
- Fenolftaleína 0.7%
- Ácido clorhídrico 0.5N
- Agua destilada
- Hidróxido de Sodio 0.1N
- Ácido Sulfúrico 5%
- Solución de ácido peryódico
- Yoduro de potasio
- Tiosulfato de sodio 0.1N
- Solución indicadora de almidón
- Hidroxietilcelulosa
- Fragancias
- Colorantes
- PEG 400
- Aceite de coco
- Aceite de girasol
- Aceite de soya
- Aceite de oliva
- Aceite de ricino

2.2 DISEÑO METODOLÓGICO

2.2.1 TIPO DE ESTUDIO.

2.2.1.1 Prospectivo

Se espera que a través del estudio, la investigación bibliográfica y la experimentación realizada, se pueda obtener cuatro tipos de jabón líquido con base de aceites naturales, que a futuro sean de utilidad.

2.2.1.2 Experimental

Se manipulan variables y se desarrollan fórmulas y técnicas para la obtención de cada jabón, y controles de calidad fisicoquímico, que se realizaron en el laboratorio de Química Orgánica de la Facultad de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Católica de Santa María.

2.3 MÉTODOS

2.3.1 DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN DE ACEITES

Fundamento:

El índice de saponificación (IS), es el número de miligramos de hidróxido de potasio requeridos para saponificar 1 gramo de grasa. Es una medida aproximada del peso molecular promedio de los ácidos grasos que contiene un aceite. Está relacionado de forma inversa con la longitud de los ácidos grasos constituyentes de los glicéridos de la grasa³⁷, es decir, a mayor peso molecular de los ácidos grasos, el índice de saponificación será menor.

Para este ensayo se utilizó como referencia la ASTM D 460-2014³⁸. El ensayo consistió en hacer reaccionar una determinada cantidad de muestra de los diferentes aceites que se usaron, con un exceso de solución de KOH 0.5N y determinar por diferencia los mg de KOH que reaccionan con la muestra, se tituló con HCl 0.5N.

El procedimiento usado se describe a continuación:

Procedimiento:

- Preparar ácido clorhídrico 0.5N y estandarizar con Carbonato de Sodio, usando anaranjado de metilo como indicador.
- Preparar una solución de hidróxido de potasio alcohólico.
- Pesar de 1.5g - 2.5g de muestra en un balón tarado y agregar 25mL de solución de KOH alcohólico recién preparado.
- Calentar el balón en un baño de vapor o baño maría y colocar el refrigerante de forma adecuada, para mantener el reflujo por un periodo mínimo de 30 minutos y máximo de 90 minutos, de acuerdo a las características de la muestra.
- Agregar 3 gotas de fenolftaleína y valorar el exceso de hidróxido de potasio con ácido clorhídrico 0.5N S.V.
- Realizar una determinación con un blanco en las mismas condiciones.
- Realizar los ensayos por duplicado.
- Calcular el índice de saponificación utilizando la siguiente fórmula:

$$I.S. = \frac{(Vb - Vm) \times N \times M}{W}$$

Ecuación 2.1

Dónde:

I.S = Índice de saponificación (mgKOH/g aceite)

Vb = Volumen de ácido clorhídrico 0.5N consumido en la prueba del blanco (mL)

Vm = Volumen de ácido clorhídrico 0.5N consumido en la prueba real (mL)

N = Normalidad exacta del ácido clorhídrico

M = Peso molecular del hidróxido de potasio (g/mol)

W = Peso de la muestra (g)

2.3.2 OBTENCIÓN DE PASTA DE JABÓN POR SAPONIFICACIÓN

Fundamento:

La saponificación es una reacción de hidrólisis de los ácidos grasos de un aceite en medio alcalino, que consiste en la descomposición de un éster en el alcohol y la sal alcalina del ácido carboxílico correspondiente, llamado también jabón. (Ecuación 1.1)

Procedimiento:

- Con el valor del índice de saponificación hallado de cada aceite, calcular la cantidad de hidróxido de potasio necesario para realizar la saponificación respectiva.
- Preparar una solución de KOH al 30% y dejar enfriar hasta temperatura ambiente.
- Pesar la cantidad de aceite requerido para cada formulación en un vaso de precipitado de 250 mL y calentar suavemente hasta 45°C, si es aceite de coco, calentar hasta que se funda, usando una manta de calentamiento.
- Poner el vaso de precipitados que contiene el aceite o mezcla de aceites en un baño maría.
- Agregar la solución básica KOH a chorro fino y manteniendo una agitación constante.
- Mantener una temperatura de reacción entre 70-80°C.
- Continuar con la agitación constante hasta que termine la reacción de saponificación, lo cual se verifica a través de una prueba de álcali libre cada cinco minutos.
- La reacción termina cualitativamente, cuando se ha formado una pasta homogénea que no se separa en dos fases, y cuantitativamente cuando el álcali libre se mantiene constante y ya no baja.
- Guardar la pasta por 15 días.

2.3.2.1 Determinación de la detergencia de la pasta de jabón

Fundamento:

La detergencia es un proceso físico-químico por el cual se separa la suciedad del sustrato (tela, piel, etc) Tiene por objetivo la limpieza de las superficies³⁹.

Se realiza sobre soluciones de pastas de jabón en agua destilada, a tres concentraciones: 10%, 25% y 40% para luego determinar cuál es la concentración que se usará para las siguientes formulaciones.

Procedimiento:

- Se pesan segmentos de tela de algodón, limpia y seca, de 15 x 15 cm.
- Se pesan porciones de grasa de pollo de 1 g.
- Se procede a ensuciar con el sebo animal cada una de los segmentos de tela.
- En un beacker se disuelve 10g de pasta de jabón con agua a 100ml, se introduce el segmento de tela sucia y se agita de manera constante utilizando agitador magnético durante 15 minutos a velocidad constante.
- Las porciones de tela se enjuaga en un baño de agua destilada, se seca a medio ambiente y se procede a pesar. Por la diferencia de peso (inicial y final) se determina la cantidad de grasa retirada por el jabón líquido.
- Se repite el procedimiento usando concentraciones de 25% y 40%.

2.3.3 OBTENCIÓN DEL JABÓN LÍQUIDO

Fundamento:

El jabón líquido se obtiene disolviendo la pasta de jabón blando⁴⁰ obtenido en el anterior procedimiento.

Se realiza cuatro formulaciones, usando cuatro tipos diferentes de pasta base de jabón obtenido por saponificación, éstas se señalan como formulación A, B, C y D, el objetivo es obtener 100mL de jabón líquido.

Procedimiento:

- Pesar 25g de pasta de jabón.
- Disolver la pasta en agua destilada, de manera que la concentración del jabón en el agua sea del 25%.
- En otro vaso de precipitados disolver 0.50g de hidroxietilcelulosa (HEC) en agua destilada.
- Agregar la solución de jabón base al viscosante (HEC) y mezclar usando una pastilla agitadora.
- Pesar 0.30g de PEG 400 y mezclar con 0.50g de fragancia a utilizar
- Agregar la mezcla PEG400-fragancia al jabón líquido y homogenizar.
- Preparar una solución con el colorante (cantidad suficiente) hasta obtener el color deseado y agregar esta solución hasta lograr la intensidad de color deseado.

2.3.4 DETERMINACIÓN DE VALORES DE CONTROL DE CALIDAD

2.3.4.1 Determinación de álcali libre

Fundamento:

La alcalinidad de una sustancia se puede determinar por métodos volumétricos^{41,42}. Éste ensayo se realiza mediante una titulación ácido-base con un solvente donde sea soluble el aceite, se titula el álcali libre con un ácido valorado y usando la fenolftaleína como indicador, éste vira de color a rosa cuando la muestra es alcalina, y es incolora cuando la muestra es ácida.

Procedimiento:

- Preparar una solución valorada de ácido clorhídrico 0.1N.
- Pesar 1.25g de muestra en un Erlenmeyer y disolver en 25mL de etanol neutralizado.
- Calentar hasta que la muestra se disuelva por completo, manteniendo siempre el Erlenmeyer tapado con una luna de reloj.
- Agregar dos gotas de fenolftaleína y valorar con HCl 0.1N SV.
- Anotar el gasto y calcular el álcali libre de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$A = \frac{V \times N \times 5.6}{m}$$

Ecuación 2.2

Dónde:

A = porcentaje de álcali libre, expresado como hidróxido de potasio

V = volumen de la solución de ácido clorhídrico utilizado en la titulación (mL)

N= normalidad verdadera de la solución de ácido clorhídrico

M = masa de la muestra (g)

2.3.4.2 Determinación del pH

Fundamento:

El pH es el valor que determina si una sustancia es ácida, neutra o alcalina, calculado por el número de iones de hidrógeno presente²². La medida se hace a través de un potenciómetro o pH-metro. El procedimiento descrito a continuación es el descrito en la ASTM.

Procedimiento:

- Calibrar el pHmetro.
- Separar una muestra, usando una solución de jabón líquido al 1% en un vaso de precipitados y sumergir el electrodo por un par de minutos, hasta que la lectura del equipo sea constante.
- Anotar el valor y enjuagar el electrodo con agua destilada para las siguientes mediciones.

2.3.4.3 Determinación de la viscosidad

Fundamento:

Esta prueba permite identificar la consistencia del jabón líquido; para asegurar la durabilidad y calidad del producto³⁸. Se utilizó un viscosímetro DV-II ultra Brookfield, para medir la viscosidad, éste somete a rotación un disco llamado husillo o spindle sumergido en la muestra que se quiere medir.

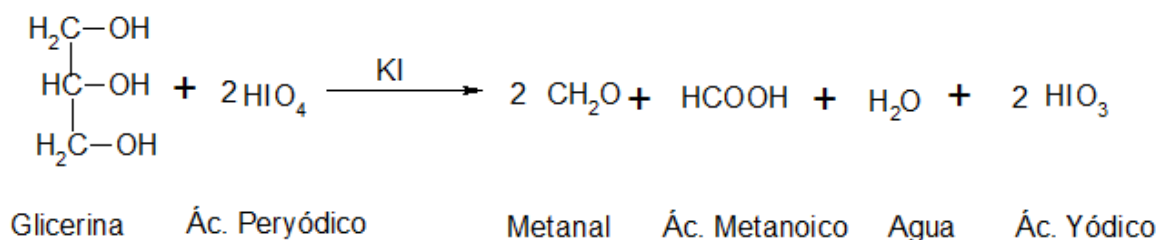
Procedimiento:

- Separar una muestra de jabón líquido en un vaso pequeño de precipitados.
- Nivelar el viscosímetro Brookfield, encender y luego poner en autozero.
- Escoger y colocar un husillo adecuado para la muestra, puede usarse el N° 04 o 05.
- Colocar el vaso con la muestra en el viscosímetro, programar la velocidad a 30 rpm y encender el motor.
- Tomar nota de la lectura de la viscosidad.

2.3.4.4 Determinación del porcentaje de glicerina en el jabón líquido

Fundamento:

A continuación se presenta la ecuación 2.3 de la reacción de oxidación de la glicerina con ácido peryódico.



Ecuación 2.3: Reacción de oxidación de Glicerina

El porcentaje de glicerina se determina por método volumétrico de oxidación con ácido peryódico, según método analítico de la ASTM (Anexo 10)

En la ecuación 2.3 se observa que cada grupo hidroxílico primario produce metanal (formaldehído) y el grupo hidroxílico secundario produce ácido metanoico (ácido fórmico). Un mol de glicerina consume 2 moles de ácido peryódico y da como producto 2 moles de formaldehído y un mol de ácido fórmico, además de agua y ácido yódico.

El Yoduro de potasio se utiliza para convertir el I_2 en I_3 (Yodo libre) que es el que se valora con tiosulfato. La oxidación del yodato a yoduro produce una diferencia en la cantidad de moles. La diferencia de tiosulfato consumido por el blanco y la muestra guarda relación con la cantidad de ácido peryódico usado en la oxidación de la glicerina⁴³.

La glicerina se produce como subproducto de la saponificación de los aceites en la fabricación del jabón, se puede encontrar entre un 8-15% después de la reacción¹⁴. Su presencia en la formulación es importante ya que tiene propiedades hidratantes y suavizantes.

Procedimiento:

- Pesar 2.5g de muestra en una fiola de 250mL y adicionar 22.5mL de cloroformo, medido desde una bureta.
- Adicionar 6.25mL de ácido acético glacial y mezclar.
- Adicionar 125mL de agua. Tapar y agitar hasta que la muestra se disuelva, si es necesario calentar hasta que disuelva y luego dejar enfriar a temperatura ambiente.
- Adicionar agua hasta la marca de 250mL y mezclar mediante inversión.
- Dejar en reposo hasta que la fase acuosa se separe de la fase de cloroformo.
- Medir 12.5mL de solución de ácido peryódico en un matraz de 125mL.
- Transferir 25mL de la solución acuosa al matraz que contiene el ácido peryódico, agitar suavemente para mezclar totalmente.
- Tapar con un vidrio de reloj y dejar en reposo en la oscuridad por 30 minutos o hasta un máximo de 90 minutos.
- Adicionar 5mL de yoduro de potasio y mezclar suavemente.

- Dejar en reposo de 1 a 5 minutos protegido de la luz directa del sol.
- Diluir con agua hasta aproximadamente 50mL y titular con tiosulfato de sodio 0.1N S.V.
- Continuar titulando hasta que el color marrón del yodo desaparezca.
- Adicionar 3 gotas de solución indicadora de almidón y continuar la titulación hasta desaparecer la coloración.
- Leer y anotar el gasto de tiosulfato de sodio.
- Proceder de la misma manera para determinar los blancos.
- Calcular el porcentaje de glicerina en la muestra, usando la siguiente fórmula:

$$W_a = W_s V / 900$$

Ecuación 2.4

$$\text{Glicerina, \%} = \frac{[(B - S) N \times 2.302]}{W_a}$$

Ecuación 2.5

Dónde:

W_a = gramos de la muestra representados por la alícuota usada (g)

W_s = gramos de la muestra usados (g)

V = volumen en mililitros de la alícuota usada (mL)

B = volumen de solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ requerido para la titulación en blanco (mL)

S = volumen de solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ requerido para la titulación de la muestra (mL)

N = normalidad de la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



CAPÍTULO III.
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN DE ACEITES

Para determinar el índice de saponificación de los 5 aceites usados, se siguió el procedimiento detallado en el punto 2.3.1.



Figura 3.1. Muestra de aceite titulado y su respectivo blanco para hallar el IS del aceite de oliva

Fuente: Tomada del trabajo en laboratorio

La siguiente Tabla -3.1- presenta los índices de saponificación obtenidos para los distintos aceites vegetales. Todos los resultados mostrados en la Tabla 3.1 se encuentran dentro de los valores aceptables según norma COVENIN 323³⁷.

TABLA 3.1: Índice de saponificación (I.S.) de los aceites utilizados

	Aceite de COCO	Aceite de GIRASOL	Aceite de OLIVA	Aceite de SOYA	Aceite de RICINO
	(mgKOH/gAc)	(mgKOH/gAc)	(mgKOH/gAc)	(mgKOH/gAc)	(mgKOH/gAc)
Ensayo 1	263.65	191.32	190.38	195.95	185.94
Ensayo 2	264.01	193.5	192.16	193.09	188.25
Ensayo 3	262.76	192.35	189.92	195.05	187.22
Promedio	263.47	192.39	190.82	194.70	187.14
D.S.	0.64	1.09	1.18	1.46	1.16

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.1, se observa que el IS del aceite de girasol, oliva y soya presentan resultados similares, en cambio hay una diferencia entre el aceite de coco que presenta el resultado más alto y el aceite de ricino que presenta el resultado más bajo, probablemente esto se deba a las características de los ácidos grasos presentes en mayor porcentaje en cada aceite, ya que el IS es inversamente proporcional al peso molecular de los ácidos grasos presentes en el aceite.

Entonces, el ácido graso predominante en el aceite de coco es el ácido láurico cuyo peso molecular es de 200.32g/mol y su IS es de 263.47 mgKOH/gAc, en cambio el del ácido ricinoléico, predominante en el aceite de ricino es de 280.44g/mol y su IS es de 187.14 mgKOH/gAc. Éstos IS servirán para calcular la cantidad de KOH que corresponde para un determinado peso de aceite a usar en las siguientes formulaciones de jabón líquido.

Para apreciar mejor las diferencias y similitudes en los resultados obtenidos para el I.S. de cada aceite, se muestra el siguiente gráfico de columnas.

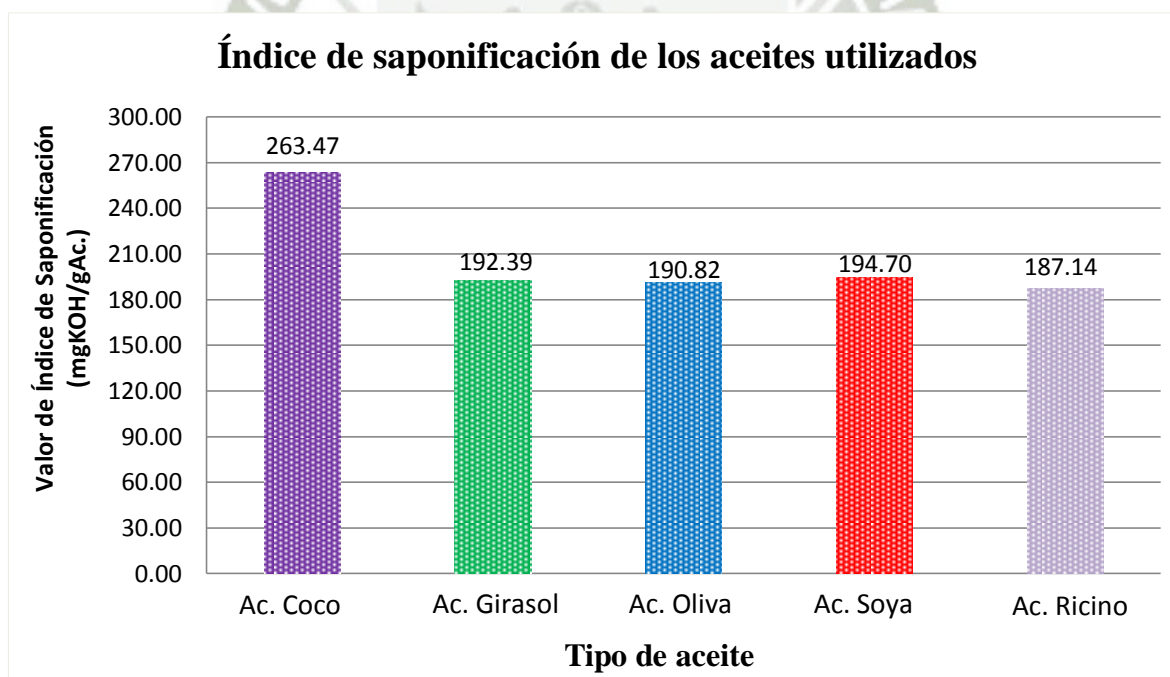


Figura 3.2. Resultado de I.S. para cada aceite utilizado.

Fuente: Registro de investigación propio.

3.2 OBTENCIÓN DE PASTA DE JABÓN POR SAPONIFICACIÓN

La obtención de la pasta de jabón se realizó en dos etapas: i) la primera etapa consistió en una prueba para determinar los factores que condicionan la obtención de pasta y ii) la segunda etapa ya se hizo la prueba final.

3.2.1 Determinación de parámetros que condicionan la obtención de pasta

Para determinar los parámetros que condicionan la obtención de pasta, previamente se determinó usar 50g de mezcla de aceites, para esta primera prueba se escogió tres aceites: i) coco, ii) oliva y iii) ricino, a unas cantidades arbitrarias iniciales de 15, 25 y 10 gramos respectivamente. Luego se evaluó los siguientes parámetros condicionantes:

- Exceso de hidróxido de potasio
- Tiempo de saponificación
- Temperatura mínima de saponificación
- Temperatura máxima de saponificación
- pH

La cantidad de hidróxido de potasio usado para cada aceite, se calculó multiplicando el IS del aceite obtenido, por la cantidad en gramos de dicho aceite, luego se calculó la cantidad en gramos de hidróxido de potasio con diferentes excesos al 10%, 7% y 5%, como se muestra en la siguiente Tabla 3.2.

TABLA 3.2: Parámetros de saponificación de los aceites utilizados a distintos excesos de hidróxido de potasio

Descripción	10% exceso		7% exceso		5% exceso	
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 1	Ensayo 2
KOH (g)	12.88	12.89	12.69	12.55	12.31	12.33
H ₂ O para solución KOH (ml)	42.94	42.96	42.29	41.85	49.24	49.31
T° min saponificación (°C)	60.00	70.00	60.00	70.00	60.00	70.00
T° max saponificación (°C)	70.00	80.00	70.00	80.00	70.00	80.00
Tiempo saponificación (min)	45.00	35.00	40.00	35.00	39.00	30.00
pH de pasta solución 1%	13.45	13.50	11.25	10.90	8.20	8.30
Peso pasta obtenida (g)	87.30	81.40	79.60	89.54	84.21	85.63
Tiempo de reposo (días)	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00
Peso pasta final (g)	85.46	79.36	78.25	84.52	83.25	80.05

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.2 se observan los resultados relacionados a los parámetros de saponificación de los aceites utilizados a distintos excesos de hidróxido de potasio. Se aprecia que a los distintos excesos, la cantidad de hidróxido de potasio decrece paulatinamente. En relación al tiempo y a la temperatura de saponificación, se obtuvo que ambas están relacionadas de manera inversa, es así que a mayor temperatura menor tiempo de saponificación y viceversa.

De la misma forma se observa en la Tabla 3.2 que el pH está directamente relacionado con el exceso de hidróxido de potasio utilizado, a mayor porcentaje de exceso el pH es mayor y a menor porcentaje el pH es menor.

Luego de obtener la pasta de jabón se pesó y dejó reposar por 15 días con el objetivo de liberar el álcali que aún esté presente en la pasta, después de este tiempo se volvió a pesar la pasta.

A continuación se muestra la Tabla 3.3, que presenta el promedio, desviación estándar y coeficiente de variabilidad de los parámetros de saponificación relacionados al pH de la pasta y al peso final de la pasta.

TABLA 3.3: Estadígrafos descriptivos de los parámetros de saponificación relacionados al pH y la pasta obtenida

Estadígrafo	KOH (g)	pH de pasta	Peso pasta 1 (g)	Peso pasta 2 (g)
Promedio	12.61	10.93	84.61	81.82
Desviación estándar	0.26	2.34	3.69	2.98
Coefficiente de variabilidad	2.06	21.41	4.36	3.64

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.3 se observa que la diferencia de pesos entre la pasta obtenida y la pasta dejada en reposo, es mínima, probablemente se deba a que en ese tiempo se liberó agua y por lo tanto la pasta final pesa aproximadamente 2 gramos menos, también se aprecia que el decrecimiento paulatino del hidróxido de potasio en relación al porcentaje de exceso es mínimo, ya que la desviación estándar es de 0.26 y el C.V. de 2.06; pese a ello esta cantidad trasciende en cuanto a pH ya que en la pasta resultante el pH difiere con un rango que va desde 13.50 (valor máximo) hasta 8.20 (valor mínimo), por lo que para las siguientes formulaciones se considera trabajar con un exceso de hidróxido de potasio de 5% para que la base final, otorgue un pH alcalino bajo al jabón líquido final. En tanto al peso final de la pasta de jabón obtenida, ésta también presenta una mínima variabilidad ya que la desviación estándar es de 2.98 y el C.V. de sólo 3.64.

Luego de estos resultados podemos concluir que para la obtención de pastas finales conviene utilizar los siguientes parámetros:

- Exceso de hidróxido de potasio: 5%
- T° mínima de saponificación: 70°C
- T° máxima de saponificación: 80°C
- Tiempo de saponificación: 30 minutos
- pH final: ~ 8.3

3.2.2 Obtención de pasta de jabón

Luego de obtener los resultados en el punto 3.2.1, se ensayaron cuatro distintas formulaciones, designadas como tipo A, tipo B, tipo C y tipo D. Cada una de ellas con una composición cualitativa y cuantitativa distinta de aceites vegetales, para un total de 50 gramos.

- Formulación tipo A

Para observar los resultados de la obtención de la pasta de jabón de la formulación “tipo A” se presenta la Tabla 3.4.

TABLA 3.4: Resultados de obtención de la pasta de jabón para la formulación tipo A

N	Aceite de coco (g)	Aceite de oliva (g)	Aceite de ricino (g)	KOH (g)	pH final de pasta	Peso pasta inicial (g)	Peso pasta final (g)
A-1	15.01	25.01	10.00	11.19	8.10	90.35	87.32
A-2	14.99	25.05	10.02	11.20	8.00	79.40	78.13
A-3	20.02	20.03	10.02	11.58	8.20	78.60	77.84
A-4	20.00	20.01	10.00	11.56	8.20	88.50	88.00
A-5	25.02	15.00	10.08	11.95	8.30	81.89	80.00
A-6	25.01	15.00	10.05	11.94	8.40	84.14	82.34
A-7	30.01	10.00	10.09	12.32	8.50	83.00	82.00
A-8	30.00	10.01	10.04	12.30	8.40	84.14	82.23
A-9	35.00	5.00	10.03	12.67	8.60	83.08	81.45
A-10	35.01	5.00	10.05	12.67	8.60	82.60	81.50

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.4 se presenta los resultados para la formulación tipo A que comprende a los aceites vegetales de: i) coco, ii) oliva y iii) ricino. Se ha realizado 10 ensayos para esta formulación, partiendo de cantidades crecientes de aceite de coco, y cantidades decrecientes de aceite de oliva, el aceite de ricino se mantuvo constante; se

trabajó con cantidades mayores y menores de los dos primeros aceites debido a su costo, el tercero – el aceite de ricino – se mantuvo constante y a baja cantidad debido a su alto costo pero no se dejó de usar ya que al inicio se pensó que podría aportar alguna característica adicional.

Respecto a la cantidad de KOH se aprecia que ésta va creciendo a medida que la cantidad de aceite de coco aumenta, esto se debe a que el aceite de coco presenta un IS elevado y por lo tanto al multiplicar éste IS por cada cantidad requerida de aceite para cada ensayo, la cantidad de KOH necesario para saponificar el aceite, también aumentará. Al mismo tiempo, se observa una relación directamente proporcional entre la cantidad de KOH y el pH en cada ensayo, es así que a medida que la cantidad de KOH aumenta en la formulación, el pH también aumentará.

Para ilustrar mejor las distintas proporciones de aceites usadas para esta formulación, se presenta el siguiente diagrama de barras apiladas (Figura 3.3)

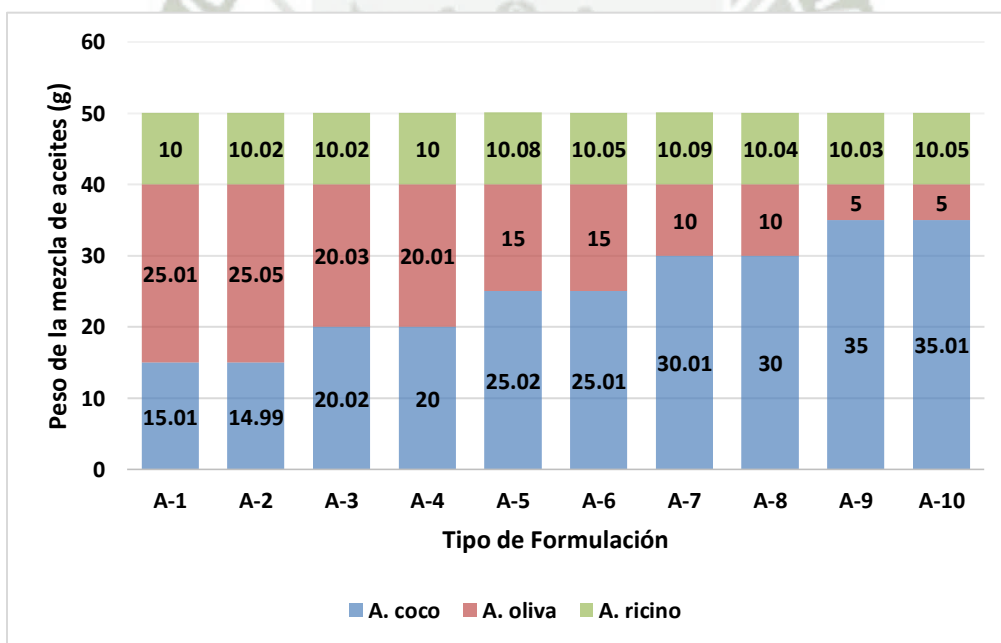


Figura 3.3. Proporciones de aceites para cada ensayo de la formulación tipo A

Fuente: Registro de investigación propio

Tal como se aprecia en la Figura 3.3, el aceite de coco usado en la formulación partió de una cantidad inicial aproximada de 15g y se concluyó en el ensayo número 10 (A-10) con 35g, el aceite de oliva por otra parte, inicia con una cantidad de 25g en el primer ensayo y una final de 5g para el ensayo final, como se comentó el aceite de ricino se mantuvo constante a una cantidad de 10g.

A continuación se presenta la Tabla 3.5 en la que se realizó un análisis de correlación de Pearson a los datos obtenidos en la Tabla 3.4, con la finalidad de observar el grado de asociación entre las variables: i) aceite (coco, oliva y ricino) y ii) el peso final de la pasta obtenida, y así poder apreciar estadísticamente si la cantidad de determinado aceite repercute en el peso del producto final que es la pasta de jabón, que es el principal recurso para la elaboración de los jabones líquidos.

TABLA 3.5: Correlación de Pearson (de la formulación A) para la cantidad de aceites y el peso final de pasta de jabón obtenida

Coeficiente de correlación de Pearson del peso inicial del aceite con peso final de pasta		
Coco	Coeficiente de correlación	-0.12
	Significancia (bilateral)	0.74
	N (Número de ensayos)	10
Oliva	Coeficiente de correlación	0.12
	Significancia (bilateral)	0.74
	N (Número de ensayos)	10
Ricino	Coeficiente de correlación	-0.26
	Significancia (bilateral)	0.53
	N (Número de ensayos)	10

Fuente: Registro de investigación propio

El nivel de significancia para este estudio realizado en la Tabla 3.5, es de 0.05. La hipótesis nula ($H_0: r_{xy}=0$) es que no hay relación entre el peso de los aceites usados para

la formulación y el peso final de la pasta, que se acepta cuando la significancia es mayor que 0.05, por lo tanto, ésta hipótesis se rechazará si la significancia es menor que 0.05 y se aceptará la hipótesis alterna ($H_1: r_{xy} \neq 0$) que afirma que sí existe relación entre el peso de aceites usados y el peso final de la pasta.

De los resultados que se recogen en la Tabla 3.5, se puede afirmar que las variables independientes: aceite de coco, oliva y ricino no correlacionan significativamente con el peso final de pasta de jabón (variable dependiente), ya que en cada correlación la significancia es > 0.05 . Por lo que podemos concluir que la variación ascendente y descendente de ambos aceites (coco y oliva) manteniendo el ricino constante a 10g por cada 50g de mezcla, no repercute en la cantidad de producto final obtenido, se acepta así la hipótesis nula ($H_0: r_{xy} = 0$)

- **Formulación tipo B**

Para la formulación tipo B, se siguió el mismo procedimiento de saponificación que para la formulación tipo A, descrita en el punto 2.3.2. En la siguiente Figura, 3.4, se muestra el proceso de saponificación de la mezcla de aceites de coco, girasol y soya.



Figura 3.4. Proceso de saponificación de aceite de coco, girasol y soya.

Fuente: Tomado del trabajo en laboratorio

En la siguiente Tabla 3.6, se presenta los resultados para la fórmula tipo B. En esta se han ensayado 10 formulaciones con 5 distintas proporciones de aceite de coco, girasol y soya. Las condiciones de tiempo de reposo, solución de hidróxido de potasio, temperatura de saponificación, fueron similares al anterior ensayo de la formulación tipo A.

TABLA 3.6: Resultados de obtención de la pasta de jabón para la formulación tipo B

N	Aceite de coco (g)	Aceite girasol (g)	Aceite de soya (g)	KOH (g)	pH final de pasta	Peso pasta inicial (g)	Peso pasta final (g)
B-1	18.03	7.03	25.00	11.55	8.50	87.30	85.89
B-2	18.01	7.00	25.01	11.54	8.50	88.00	87.03
B-3	21.08	10.02	19.00	11.76	9.10	86.34	85.78
B-4	21.00	10.05	19.02	11.75	8.60	86.00	85.00
B-5	24.06	13.01	13.00	11.96	9.00	86.02	85.10
B-6	24.00	13.00	13.02	11.94	8.70	85.94	84.87
B-7	26.09	17.05	7.09	12.12	8.60	86.20	85.15
B-8	27.00	16.05	7.00	12.15	9.00	85.74	85.02
B-9	30.05	19.01	1.00	12.36	8.80	86.33	85.54
B-10	30.00	19.00	1.05	12.35	8.80	86.60	85.50

Fuente: Registro de investigación propio

Respecto a la cantidad de KOH, la Tabla 3.6 muestra que ésta va creciendo a medida que la cantidad de aceite de coco y girasol crecen, debido a que las cantidades de estos aceites van en aumento para cada ensayo, acrecentando así la cantidad de KOH necesario para saponificar los aceites.

La Tabla 3.6 también recoge el pH final de la pasta así como el peso final de ésta luego del periodo de reposo o “maduración” de la pasta. Para el caso del pH se observa que no hay mucha variación, ya que el valor mayor es de 9.10 y el menor de 8.50.

El siguiente diagrama de barras apiladas, (Figura 3.5) ilustra mejor las distintas proporciones de aceites para esta formulación, que al igual que la anterior y las siguientes formulaciones fue de 50g en total.

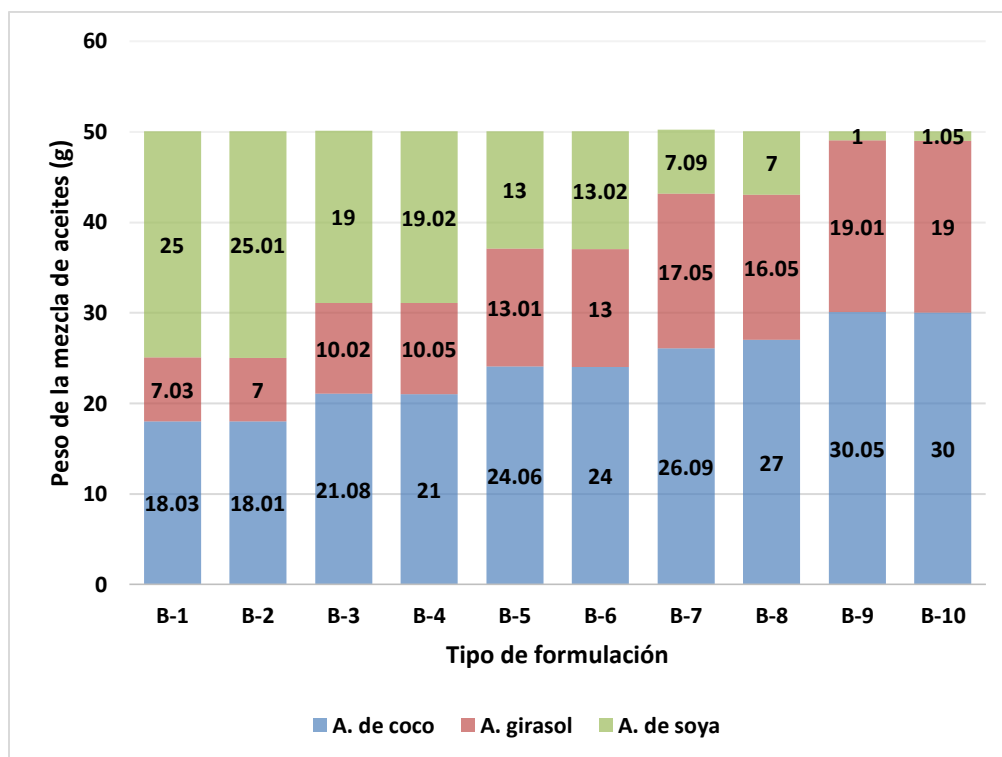


Figura 3.5. Proporciones de aceites para cada ensayo de la formulación tipo B

Fuente: Registro de investigación propio

Tal como se observa en la Figura 3.5, en este caso se partió de una cantidad inicial menor de aceite de coco y girasol con 18g y 7g y una cantidad mayor de 30g y 19g respectivamente.

Por otra parte el aceite de soya inicio con una cantidad mayor de 25g y culminó con una cantidad menor de solo 1g.

De la Tabla 3.6 y tomando en cuenta que el aceite de coco, girasol y soya son la variable independiente (eje X) y el rendimiento en peso de la pasta final es la variable dependiente (eje Y) se efectuó un análisis de correlación de Pearson, obteniendo los siguientes resultados de la Tabla 3.7.

TABLA 3.7: Correlación de Pearson para la cantidad de aceites (de la formulación B) y el peso final de pasta de jabón obtenida.

Coeficiente de correlación de Pearson del peso inicial del aceite con peso final de pasta		
Coco	Coeficiente de correlación	-0.50
	Significancia (bilateral)	0.14
	N (Número de ensayos)	10
Girasol	Coeficiente de correlación	-0.51
	Significancia (bilateral)	0.13
	N (Número de ensayos)	10
Soya	Coeficiente de correlación	0.51
	Significancia (bilateral)	0.14
	N (Número de ensayos)	10

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.7 se recoge la significancia de la correlación de Pearson para la formulación B, la significancia de la correlación entre el aceite de coco y la pasta final fue de 0.14, mientras que con el aceite de girasol fue de 0.13, así mismo entre el aceite de soya y la pasta final fue de 0.14; de estos resultados se puede afirmar que las variables independientes: aceite de coco, girasol y soya no correlacionan significativamente con el peso final de la pasta de jabón (variable dependiente), ya que en cada correlación la significancia es > 0.05 . Es así que se puede concluir que la variación en distintas proporciones de estos tres aceites por cada 50g de mezcla no repercute en la cantidad de producto obtenido, es decir, se acepta la hipótesis nula ($H_0: r_{xy}=0$) de que no hay relación entre el peso de los aceites usados para la formulación y el peso final de la pasta.

- **Formulación tipo C**

Para la formulación tipo C se obtuvo los siguientes resultados, que se muestran en la Tabla 3.8.

TABLA 3.8: Resultados de obtención de la pasta de jabón para la formulación tipo C

N°	Aceite de coco (g)	Aceite girasol (g)	KOH (g)	pH final de pasta	Peso pasta inicial (g)	Peso pasta final (g)
C-1	35.00	15.05	12.76	8.80	78.00	77.12
C-2	35.01	15.00	12.75	8.90	77.86	77.00
C-3	30.00	20.03	12.41	8.80	73.93	73.00
C-4	30.03	20.01	12.41	9.10	73.32	72.46
C-5	25.05	25.00	12.06	8.50	70.21	69.34
C-6	25.01	25.02	12.06	8.60	71.52	70.85
C-7	20.01	30.06	11.71	9.00	71.15	70.15
C-8	20.02	30.08	11.72	9.00	72.00	71.38
C-9	15.01	35.06	11.36	8.60	71.12	70.25
C-10	15.00	35.00	11.35	8.50	71.60	70.50

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.8 se muestra los resultados para la obtención de la pasta según la formulación C, en este caso se trabajó también para un total de 50g pero con la diferencia de que se manejó en la mezcla la presencia solo de dos aceites: i) el de coco y ii) girasol. Se mantuvieron las mismas condiciones de saponificación mencionadas en el punto 3.2.1, la Tabla también recoge el pH final de la pasta y el peso final de la misma, esta última va decreciendo de manera directa respecto a la cantidad de aceite de coco, es decir, que a medida que se incrementa la proporción del aceite de coco se incrementa el peso de pasta de jabón obtenido, por lo que se puede señalar que la presencia del aceite de coco incrementa el total del peso de la pasta.

A continuación se muestra el gráfico de columnas apiladas, (Figura 3.6) para ilustrar mejor las proporciones de aceite en la mezcla total de la formulación tipo C.

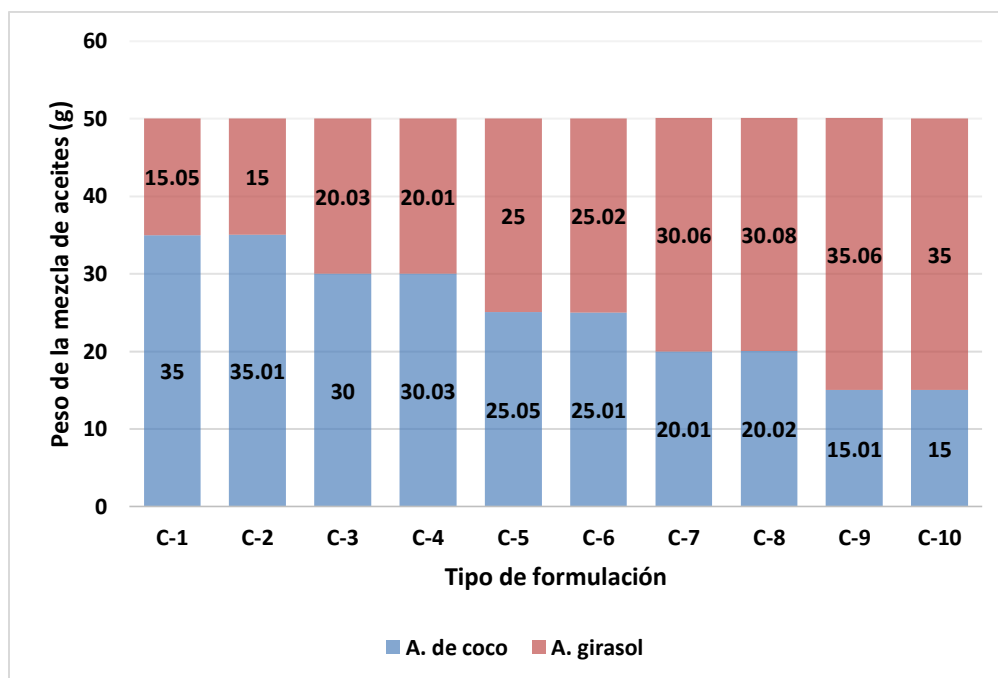


Figura 3.6. Proporciones de aceites para cada ensayo de la formulación tipo C

Fuente: Registro de investigación propio

En la Figura 3.6 se observa que al tratarse de dos aceites, las proporciones fueron más fáciles de distribuir, uno – el de coco – inició con 35g y finalizó con 15g; para el de girasol ocurrió lo contrario, se empezó con 15g y finalizó con 35g, haciendo un total de 50g.

De la Tabla 3.8 y tomando en cuenta que tanto el aceite de coco como el de girasol son la variable independiente y que el peso de la pasta final es la variable dependiente, se efectuó el análisis de correlación de Pearson con el objetivo de determinar si hay relación o no, entre la cantidad de aceites utilizados en la formulación (aceite de coco y aceite de girasol) y la cantidad final de pasta obtenida después de la saponificación, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 3.9.

TABLA 3.9: Correlación de Pearson para la cantidad de aceites (de la formulación C) y el peso final de pasta de jabón obtenida

Coeficiente de correlación de Pearson del peso inicial del aceite con peso final de pasta		
	Coeficiente de correlación	0.82
Coco	Significancia (bilateral)	0.00
	N (Número de ensayos)	10
	Coeficiente de correlación	-0.82
Girasol	Significancia (bilateral)	0.00
	N (Número de ensayos)	10

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.9 se recogen los resultados de significancia de la correlación de Pearson para la formulación C, tanto para el aceite de coco y girasol con la pasta final fue de 0.0, de estos resultados se puede afirmar que las variables independientes; peso de aceite de coco y girasol tienen relación significativa con el peso final de pasta de jabón, ya que en cada correlación la significancia, es < 0.05 . Por lo que se puede concluir que la variación en distintas proporciones de estos dos aceites por cada 50g de mezcla, repercute en la cantidad de producto obtenido. Es decir, se rechaza la hipótesis nula y se decide aceptar la hipótesis alterna ($H_1: r_{xy} \neq 0$) de que sí hay relación entre el peso de los aceites usados para la formulación y el peso final de la pasta.

- **Formulación tipo D**

Luego de la evaluación de la formulación tipo C, donde se observó cómo determina el aceite de coco en cuanto a su proporción en la mezcla de aceite, se ensayó una formulación tipo D, donde se retiró al aceite de coco y en su lugar se usó el de soya, además de iniciar con una alta proporción de aceite de ricino, esto se observa en la Tabla 3.10.

TABLA 3.10: Resultados de obtención de la pasta de jabón para la formulación tipo D

N	Aceite de soya (g)	Aceite ricino (g)	KOH (g)	pH final de pasta	Peso pasta inicial (g)	Peso pasta final (g)
D-1	19.09	30.97	10.07	8.70	47.00	46.62
D-2	19.98	30.08	10.07	8.60	48.32	47.37
D-3	25.02	25.00	10.10	8.70	49.35	48.67
D-4	25.06	25.01	10.11	8.80	49.78	49.00
D-5	29.98	20.05	10.14	8.90	48.54	47.97
D-6	30.05	19.99	10.15	9.00	50.00	49.45
D-7	35.01	15.00	10.18	8.80	50.23	49.66
D-8	35.03	14.98	10.18	8.70	51.05	50.69
D-9	40.02	10.02	10.22	8.60	50.75	50.05
D-10	40.08	9.96	10.22	8.60	50.83	50.10

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.10, se observa que para esta formulación tipo D, se usó cantidades crecientes de aceite de soya y cantidades decrecientes de aceite de ricino. La cantidad de KOH para los diferentes ensayos de la formulación tuvo una variación mínima, al igual que el pH que osciló entre 8.60 y 9.0. Respecto al peso final de la pasta, se observa que, a comparación de las formulaciones A, B y C, ésta es menor. A partir de este resultado se puede inferir que a medida que se incrementa la proporción del aceite de soya se incrementa el peso de pasta de jabón obtenido; para el aceite de ricino ocurre lo contrario, esto es, que la presencia del aceite de soya incrementa el total del producto, un efecto contrario ocurre en el aceite de ricino.

Para ver mejor la variación de la proporción de aceites se presenta la siguiente Figura (3.7)

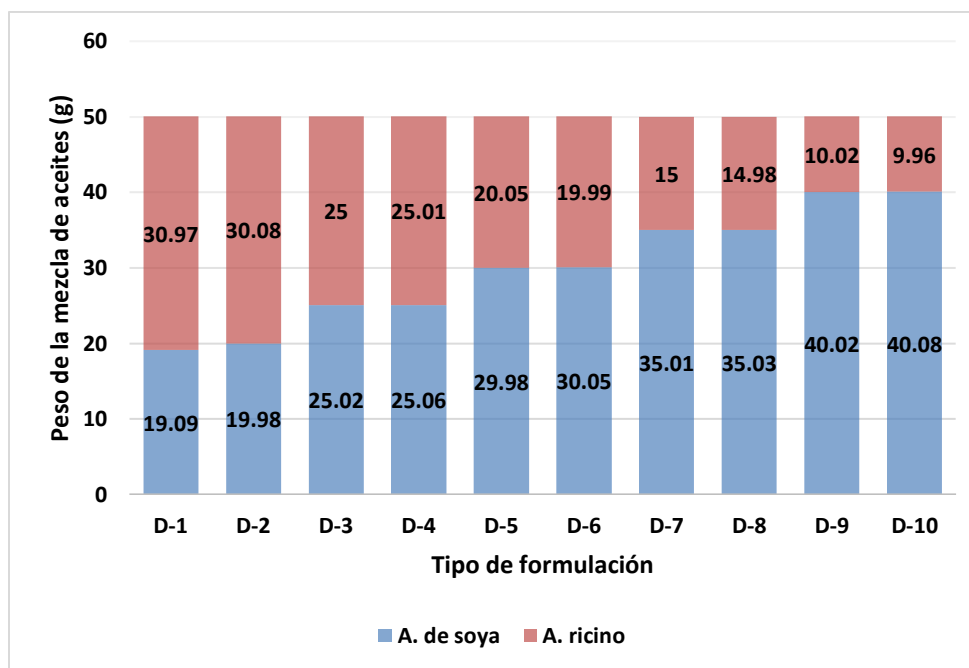


Figura 3.7. Proporciones de aceites para cada ensayo de la formulación tipo D

Fuente: Registro de investigación propio

La Figura 3.7 muestra el esquema de barras apiladas de la composición de la formulación tipo D, se aprecia que el aceite de soja inició con 20g y el aceite de ricino con 31g, estas cantidades culminan con 40g y 10g respectivamente, que hacen un total de 50g para cada ensayo.

A continuación se presenta la Tabla 3.11 en la que se realizó un análisis de correlación de Pearson a los datos obtenidos en la Tabla 3.10, con la finalidad de observar el grado de asociación entre las variables independientes y dependientes respectivamente: i) aceite (soya y ricino) y ii) el peso final de la pasta obtenida, y así poder apreciar estadísticamente si la cantidad de determinado aceite repercute en el peso del producto final que es la pasta de jabón, que es el principal recurso para la elaboración de los jabones líquidos.

TABLA 3.11: Correlación de Pearson para la cantidad de aceites (de la formulación D) y el peso final de pasta de jabón obtenida.

		Coefficiente de correlación de Pearson del peso inicial del aceite con peso final de pasta
Soya	Coefficiente de correlación	0.87
	Significancia (bilateral)	0.00
	N (Número de ensayos)	10
Ricino	Coefficiente de correlación	-0.87
	Significancia (bilateral)	0.00
	N (Número de ensayos)	10

Fuente: Registro de investigación propio

De los resultados que se recogen en la Tabla 3.11, se puede afirmar que las variables independientes: aceite de soya y ricino tienen relación significativa con el peso final de pasta de jabón (variable dependiente), ya que en cada correlación la significancia es < 0.05 . Por lo que podemos concluir que la variación en distintas proporciones de estos dos aceites por cada 50g de mezcla, influye en la cantidad de pasta final obtenida, aceptando así la hipótesis alterna ($H_1: r_{xy} \neq 0$) de que hay relación entre el peso de cada uno de los aceites usados y el peso final de la pasta.

3.3 OBTENCIÓN DEL JABÓN LÍQUIDO

3.3.1 Determinación de la detergencia

Para la determinación de la detergencia se utilizó la pasta de jabón correspondiente a la formulación A, ello con la finalidad de determinar la cantidad necesaria de pasta de jabón para eliminar la “suciedad”. Para ello se siguió el método establecido en el punto 2.3.2.1, a continuación se presenta la Figura 3.8.

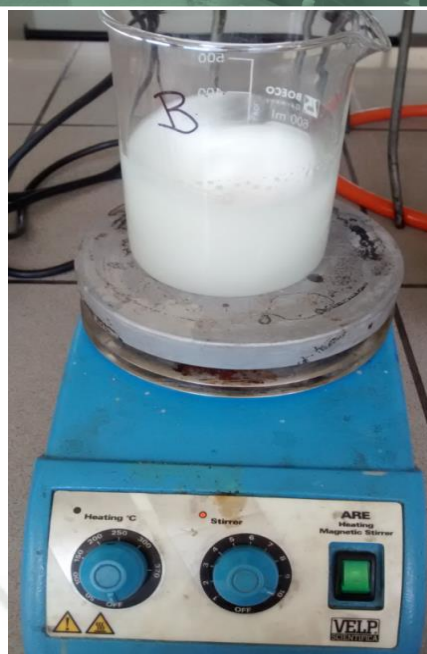


Figura 3.8. Proceso de prueba de detergencia

Fuente: Tomada del trabajo en laboratorio

Para evaluar la detergencia de los cuatro tipos de formulación; A, B, C y D, se partió de tres formulaciones patrón a tres cantidades crecientes de pasta de jabón para cada tipo; estas tres formulaciones se detallan a continuación en la Tabla 3.12.

TABLA 3.12: Detalle de las formulaciones para la evaluación de la detergencia según la cantidad de pasta de jabón usado

Nombre de la Formulación	Repeticiones	Base jabon (g)	Conservante (g)	Agua destilada csp
A-10a	5	10.01	0.10	100.00
A-10b	5	25.00	0.10	100.00
A-10c	5	40.00	0.10	100.00
Control	5	--	0.10	100.00

Fuente: Registro de investigación propio

La Tabla 3.12 muestra los datos para evaluar la detergencia de la pasta de jabón obtenida. Esta evaluación consistió en preparar tres soluciones de pasta en agua destilada (csp 100mL), los pesos aproximados de pasta fueron de 10, 25 y 40g. Este ensayo se repitió para las formulaciones tipo B, C y D.

- Determinación de Porcentaje de Detergencia para formulación tipo A

La Tabla 3.13 muestra datos de la prueba de detergencia para la formulación A.

TABLA 3.13: Prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo A

Grupo	Peso Tela (g)	Peso Grasa (g)	Peso Tela + Grasa (g)	Peso final después de lavado (g)	Grasa retirada (g)	Porcentaje Detergencia (%)
A-10a	3.03	1.04	4.06	3.57	0.49	47.70
A-10b	3.01	1.01	4.02	3.20	0.82	81.35
A-10c	3.02	1.01	4.03	3.13	0.90	88.56
Control	3.04	1.02	4.06	3.25	0.81	79.45

Fuente: Registro de investigación propio

**Porcentaje calculado respecto del valor del peso de la grasa*

En esta Tabla -3.13- se muestra detalladamente los datos y resultados de la prueba de detergencia para la formulación A. Se observa que las formulaciones designadas como A-10a, A-10b y A-10c, dieron como porcentaje de detergencia: 47.70%, 81.35% y 88.56% respectivamente. Estos porcentajes se relacionan con la cantidad retirada de grasa de pollo del trozo de tela. Por su parte el ensayo control tuvo un resultado de 79.45%. Se puede observar que la formulación A-10b, A-10c y el control, presentan valores cuya diferencia, al parecer es poca. El análisis de varianza a los resultados de la Tabla 3.13 fue necesario para determinar si existen diferencias significativas entre estos grupos de

evaluación, A-10a, A-10b, A10.c y control, los resultados de este análisis se muestran en la Tabla 3.14.

TABLA 3.14: Resumen ANOVA de la prueba de detergencia para determinar cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo A

	Suma de cuadrados	Gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	4935.19	3	1645.06	208.41	0.00
Dentro de grupos	126.30	16	7.89		
Total	5061.48	19			

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.14 se aprecian los resultados del análisis ANOVA para la detergencia. El valor del nivel de confianza fue de 0.05, el valor de significancia obtenido fue de 0.00, por lo que se puede concluir que existen diferencias significativas entre las formulaciones ensayadas. Para determinar entre qué grupos existe diferencias significativas se aplicó el test de Tukey cuyos resultados se observan a continuación en la Tabla 3.15.

TABLA 3.15: Test de Tukey de la prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo A

Detergencia	N	Subconjunto para alfa = 0.05		
		1	2	3
Grupo Formulación A-10a	5	47.70		
Control	5		79.45	
Grupo Formulación A-10b	5		81.35	
Grupo Formulación A-10c	5			88.56
Significancia		1.00	0.71	1.00

Fuente: Registro de investigación propio

Los resultados que se muestran en la Tabla 3.15, indican que no existen diferencias significativas entre la formulación A-10b y control, ya que la significancia fue de 0.71, pero sí existe diferencias entre éstas y el resto de grupos de evaluación (A-10a y A-10c) cuyo valor de significancia fue de 1.00. Por lo que se puede concluir que las que presentan mayor detergencia fueron las formulaciones: A-10b y A-10c.

Entre las formulaciones A-10b y A-10c, se observó que 25g de pasta por cada 100mL de solución (solución acuosa al 25%), son suficientes para retirar material grasoso en un 81.35%, por lo que se vio por conveniente utilizar este porcentaje para la elaboración de los jabones líquidos.

- **Determinación de Porcentaje de Detergencia para formulación tipo B**

A continuación, en la Tabla 3.16 se detalla los datos de la prueba de detergencia para la formulación tipo A.

TABLA 3.16: Prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo B

Grupo	Peso Tela (g)	Peso Grasa (g)	Peso Tela + Grasa (g)	Peso final después de lavado (g)	Grasa retirada (g)	Porcentaje Detergencia (%)
B-10^a	3.02	1.04	4.07	3.59	0.48	45.54
B-10b	3.02	1.02	4.04	3.22	0.82	80.35
B-10c	3.02	1.03	4.06	3.17	0.89	85.87
Control	3.04	1.02	4.06	3.25	0.81	79.45

Fuente: Registro de investigación propio

**Porcentaje calculado respecto del valor del peso de la grasa*

En la Tabla 3.16, se muestra los datos y resultados de la prueba de detergencia para la formulación B. Se observa que las formulaciones designadas como B-10a, B-10b y B-10c, dieron como porcentaje de detergencia: 45.54%, 80.35% y 85.87% respectivamente. Estos porcentajes se relacionan con la cantidad retirada de grasa de pollo

del trozo de tela. El ensayo control tuvo un resultado de 79.45%. Se puede observar que la formulación B-10b, B-10c y el control, presentan valores que no difieren mucho.

El análisis de varianza a los resultados de la Tabla 3.16 fue necesario para determinar si existen diferencias significativas entre estos grupos de evaluación, B-10a, B-10b, B10.c y control, los resultados de este análisis se muestran a continuación en la Tabla 3.17.

TABLA 3.17: Resumen ANOVA de la prueba de detergencia para determinar cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo B

	Suma de cuadrados	Gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	5076.33	3	1692.11	134.65	0.00
Dentro de grupos	201.07	16	12.57		
Total	5277.40	19			

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.17 se aprecian los resultados del análisis ANOVA para la detergencia. El valor del nivel de confianza fue de 0.05, el valor de significancia obtenido fue de 0.00, por lo que se puede concluir que existen diferencias significativas entre las formulaciones ensayadas (B10a, B10b, B10c y control).

Para determinar entre qué grupos existe diferencias significativas se aplicó el test de Tukey cuyos resultados se observan a continuación en la Tabla 3.18.

TABLA 3.18: Test de Tukey de la prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo B

Detergencia	N	Subconjunto para alfa = 0.05		
		1	2	3
Grupo Formulación B-10a	5	45.54		
Control	5		79.45	
Grupo Formulación B-10b	5		80.35	80.35
Grupo Formulación B-10c	5			85.87
Significancia		1.00	0.98	0.10

Fuente: Registro de investigación propio

Los resultados que se muestran en la Tabla 3.18, muestran que no existen diferencias significativas entre la formulación B-10b y control, así como entre B-10b y B-10C, ya que la significancia fue mayor a 0.05 en ambos casos, pero sí existe diferencias entre éstas y el resto de grupos de evaluación (B-10a) cuyo valor de significancia fue de 1.00. Por lo que se puede concluir que las que presentan mayor detergencia fueron las formulaciones: B-10b, B-10c y control.

Entre las formulaciones B-10b y B-10c, se observó que 25g de pasta por cada 100mL de solución, son suficientes para retirar material grasoso en un 80.35%, por lo que se vio por conveniente utilizar este porcentaje (25% de solución acuosa) para la elaboración de los jabones líquidos.

- **Determinación de Porcentaje de Detergencia para formulación tipo C**

A continuación, en la Tabla 3.19 se muestra los datos de la prueba de detergencia para la formulación tipo C.

TABLA 3.19: Prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo C

Grupo	Peso Tela (g)	Peso Grasa (g)	Peso Tela + Grasa (g)	Peso final después de lavado (g)	Grasa retirada (g)	Porcentaje Detergencia (%)
C-10^a	3.02	1.02	4.04	3.58	0.46	44.62
C-10^b	3.03	1.03	4.06	3.24	0.82	79.62
C-10^c	3.01	1.02	4.03	3.16	0.87	85.09
Control	3.04	1.02	4.06	3.25	0.81	79.45

Fuente: Registro de investigación propio

**Porcentaje calculado respecto del valor del peso de la grasa*

En la Tabla 3.19, se muestra los datos y resultados de la prueba de detergencia para la formulación C. Se observa que las formulaciones designadas como C-10a, C-10b y C-10c, dieron como porcentaje de detergencia: 44.62%, 79.62% y 85.09% respectivamente. Estos porcentajes se relacionan con la cantidad retirada de grasa de pollo del trozo de tela. El ensayo control tuvo un resultado de 79.45%. Se puede observar que la formulación C-10b, C-10c y el control, presentan valores que no difieren mucho entre ellas. El análisis de varianza a los resultados de la Tabla 3.19 fue necesario para determinar si existen diferencias significativas entre estos grupos de evaluación, C-10a, C-10b, C10c y control, los resultados de este análisis se muestran a continuación en la Tabla 3.20.

TABLA 3.20: Resumen ANOVA de la prueba de detergencia para determinar cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo C

	Suma de cuadrados	Gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	5171.48	3	1723.83	236.76	0.00
Dentro de grupos	116.49	16	7.28		
Total	5287.97	19			

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.20 se aprecian los resultados del análisis ANOVA para la detergencia. El valor del nivel de confianza fue de 0.05, el valor de significancia obtenido fue de 0.00, por lo que se puede concluir que existen diferencias significativas entre las formulaciones ensayadas (C10a, C10b, C10c y control).

Para determinar entre qué grupos existe diferencias significativas se aplicó el test de Tukey cuyos resultados se observan a continuación en la Tabla 3.21.

TABLA 3.21: Test de Tukey de la prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo C

Detergencia	N	Subconjunto para alfa = 0.05		
		1	2	3
Grupo Formulación C-10a	5	44.62		
Control	5		79.45	
Grupo Formulación C-10b	5		79.62	
Grupo Formulación C-10c	5			85.09
Significancia		1.00	1.00	1.00

Fuente: Registro de investigación propio

Los resultados que se muestran en la Tabla 3.21, indican que no existen diferencias significativas entre la formulación C-10b y control, ya que la significancia fue de 1.0, pero sí existe diferencias entre éstas y el resto de grupos de evaluación (C-10a, C-10c y control). Por lo que se puede concluir que las que presentan mayor detergencia, fuera del grupo control, fueron las formulaciones: C-10b y C-10c.

Entre las formulaciones C-10b y C-10c, se observó que 25g de pasta por cada 100mL de solución (solución acuosa al 25%), son suficientes para retirar material grasoso en un 79.62%, por lo que se vio por conveniente utilizar este porcentaje para la elaboración de los jabones líquidos.

- **Determinación de Porcentaje de Detergencia para formulación tipo D**

A continuación, en la Tabla 3.22 se muestra los datos de la prueba de detergencia para la formulación tipo D.

TABLA 3.22: Prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo D

Grupo	Peso Tela (g)	Peso Grasa (g)	Peso Tela + Grasa (g)	Peso final después de lavado (g)	Grasa retirada (g)	Porcentaje Detergencia (%)
D-10a	3.02	1.02	4.04	3.57	0.48	46.85
D-10b	3.04	1.03	4.06	3.23	0.83	80.90
D-10c	3.03	1.03	4.06	3.16	0.90	87.91
Control	3.04	1.02	4.06	3.25	0.81	79.45

Fuente: Registro de investigación propio

**Porcentaje calculado respecto del valor del peso de la grasa*

En la Tabla 3.22, se puede apreciar los datos y resultados de la prueba de detergencia para la formulación D. Se observa que las formulaciones designadas como D-10a, D-10b y D-10c, dieron como porcentaje de detergencia: 46.85%, 80.90% y 87.91% respectivamente. Estos porcentajes se relacionan con la cantidad retirada de grasa de pollo del trozo de tela. El ensayo control tuvo un resultado de 79.45%. Se puede observar que la formulación D-10b, D-10c y el control, presentan valores que no difieren mucho entre ellas.

El análisis de varianza a los resultados de la Tabla 3.22 fue necesario para determinar si existen diferencias significativas entre estos grupos de evaluación, los resultados de este análisis se muestran a continuación en la Tabla 3.23.

TABLA 3.23: Resumen ANOVA de la prueba de detergencia para determinar cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo D

	Suma de cuadrados	Gl	Media cuadrática	F	Significancia
Entre grupos	5039.36	3	1679.79	171.85	0.00
Dentro de grupos	156.39	16	9.77		
Total	5195.75	19			

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.23 se aprecian los resultados del análisis ANOVA para la detergencia. El valor del nivel de confianza fue de 0.05, el valor de significancia obtenido fue de 0.00, por lo que se puede concluir que existen diferencias significativas entre las formulaciones ensayadas (D10a, D10b, D10c y control).

Para determinar entre qué grupos existe diferencias significativas se aplicó el test de Tukey cuyos resultados se observan a continuación en la Tabla 3.24.

TABLA 3.24: Test de Tukey de la prueba de detergencia para determinar la cantidad de pasta de jabón necesaria para la formulación del jabón líquido Tipo D

Detergencia	N	Subconjunto para alfa = 0.05		
		1	2	3
Grupo Formulación D-10a	5	46.85		
Control	5		79.45	
Grupo Formulación D-10b	5		80.90	
Grupo Formulación D-10c	5			87.91
Significancia		1.00	0.88	1.00

Fuente: Registro de investigación propio

Los resultados que se muestran en la Tabla 3.24, indican que no existen diferencias significativas entre la formulación D-10b y control, ya que la significancia fue mayor a 0.05, pero sí existe diferencias entre éstas y el resto de grupos de evaluación (D-10a y D-10c). Las formulaciones D-10b y D-10c presentan mayor detergencia, se observó que 25g de pasta por cada 100mL de solución, son suficientes para retirar material grasoso en un 80.90%, por lo que se vio por conveniente utilizar este porcentaje para la elaboración de los jabones líquidos.

En conclusión, de acuerdo a las pruebas estadísticas y los resultados obtenidos en todos los ensayos de detergencia y teniendo como referencia el ensayo control, se decidió utilizar 25g de pasta de jabón para elaborar los cuatro tipos de formulaciones.

3.3.2 Determinación de la cantidad de viscosante

Una vez determinada la cantidad de pasta de jabón de 25g, se procedió a la determinación de la cantidad de viscosante, se utilizó también la formulación A, con cantidades crecientes de viscosante. Se utilizó HEC, y se logró buenos resultados no solo en cuanto a viscosidad, sino también en cuanto al aspecto y homogeneidad del producto, ya que éste se mostró como incoloro, y mantuvo su consistencia desde el día de su elaboración y durante todo el periodo de ejecución del presente estudio.

A continuación se presenta la Tabla 3.25 que muestra los datos para determinar la cantidad de viscosante.

TABLA 3.25: Determinación de la cantidad de viscosante en la formulación

Nombre de la formulación	Repeticiones	Base jabon (g)	Conservante (g)	Viscosante (g)	Agua destilada csp (mL)
A-10d	5	25.01	0.10	0.25	100
A-10e	5	25.00	0.10	0.50	100
A-10f	5	25.01	0.10	1.00	100

Fuente: Registro de investigación propio

La Tabla 3.25 muestra el detalle de las formulaciones para la determinación de la cantidad de viscosante necesaria. Se trabajó con los 25g de jabón determinados, conservante y agua destilada, el viscosante se añadió en tres cantidades crecientes de 0.25, 0.5 y 1g.

Para determinar si existen diferencias significativas entre los grupos de evaluación, se utilizó el análisis ANOVA que se presenta en la Tabla 3.26.

TABLA 3.26: Resumen ANOVA para la determinación de la cantidad de viscosante para las formulaciones evaluadas.

	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Entre grupos	64826435.20	4	16206608.80	2634.65	0.00
Dentro de grupos	123026.80	20	6151.34		
Total	64949462.00	24			

Fuente: Registro de investigación propio

El análisis de varianza, mostrado en la Tabla 3.26, sirvió para determinar si existen diferencias significativas entre los grupos de evaluación A-10d, A-10e y A-10f.

En esta Tabla se aprecian los resultados del análisis. El valor del nivel de confianza fue de 0.05, el valor de significancia obtenido es de 0.00, por lo que se puede concluir que existen diferencias significativas entre los distintos grupos de evaluación.

Para determinar entre qué grupos existe diferencias significativas, fue necesario hacer el análisis de Tukey, cuyos resultados se pueden observar en la Tabla 3.27 que a continuación se muestra.

TABLA 3.27: Test de Tukey para la determinación de la cantidad de viscosante para las formulaciones evaluadas.

DeterViscosidad	N	Subconjunto para alfa = 0.05			
		1	2	3	4
Control	5	240.60			
Grupo Formulación A-10d	5		998.60		
Jabón líquido comercial	5			3669.40	
Grupo Formulación A-10e	5			3794.40	
Grupo Formulación A-10f	5				4107.00
Significancia		1.00	1.00	0.13	1.00

Fuente: Registro de investigación propio

El test de Tukey y sus resultados en la Tabla 3.27, indican que no existen diferencias significativas entre la formulación A-10e y el jabón líquido comercial, pero si entre ésta y el resto de grupos de evaluación, por lo que podemos concluir – teniendo en cuenta el promedio – que la formulación A-10e presenta una consistencia similar a la de un jabón líquido comercial conocido, y teniendo en cuenta que esta formulación presenta como viscosante a la HEC con 0.5%, es este viscosante y ésta la cantidad a utilizar en las siguientes formulaciones de jabones líquidos.

3.3.3 Formulación de jabones líquidos

Teniendo en cuenta los resultados del punto 3.3.2 se procedió a formular los jabones líquidos a partir de las cuatro pastas de jabón obtenidas, y que se codificaron como:

- Formulación tipo A (aceites de coco, oliva y ricino)
- Formulación tipo B (aceites de coco, girasol y soya)
- Formulación tipo C (Aceites de coco y girasol)
- Formulación tipo D (aceites de soya y ricino)

En la Tabla 3.28 se presenta los detalles de las 4 formulaciones de jabón líquido.

TABLA 3.28: Detalle de las formulaciones de jabones líquidos elaboradas a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

	A	B	C	D
Componente	Coco, oliva y ricino	Coco, girasol y soya	Coco y girasol	Soya y ricino
Pasta de jabón (g)	25.00	25.00	25.00	25.00
Viscosante (g)	0.50	0.50	0.50	0.50
Conservante (g)	0.10	0.10	0.10	0.10
PEG 400 (g)	0.30	0.30	0.30	0.30
EDTA (g)	0.30	0.30	0.30	0.30
Colorante	Cs	Cs	Cs	Cs
Fragancia (g)	0.50	0.50	0.50	0.50
Agua destilada csp (mL)	100.00	100.00	100.00	100.00

Fuente: Registro de investigación propio

La Tabla 3.19, resume la composición de las cuatro formulaciones. Las pastas utilizadas para cada tipo de formulación fueron las que se ubican en los extremos del rango de mezclas, ya que las cantidades en cada una de ellas son muy diferentes, es decir, para cada tipo se utilizaron las siguientes: A-1, A-10, B-1, B-10, C-1, C-10, D-1 y D-10, de cada una de ellas se elaboraron cinco jabones líquidos haciendo un total de 40 jabones líquidos de muestra.



Figura 3.9. Jabones líquidos obtenidos a partir de las diferentes pastas de jabón

Fuente: Tomada del trabajo en laboratorio

Todos estos jabones líquidos presentaron buen aspecto, en tanto a consistencia ya que se mostraban en apariencia relativamente espesos, luego todos tenían un color cristalino, tal como se observa en la Figura 3.8.

También la homogeneidad fue similar para todas las preparaciones, ninguno presento zonas “grumosas” o zonas “sueltas”. Pese a ello fue necesario un control de calidad que mida objetivamente características fisicoquímicas de estos jabones líquidos.

3.4 DETERMINACIÓN DE VALORES DE CONTROL DE CALIDAD

3.4.1 Álcali libre

El álcali libre fue evaluado conforme a la metodología descrita en el punto 2.3.4.1, los resultados se muestran a continuación en la Tabla 3.20.

TABLA 3.29: Evaluación del porcentaje de álcali libre de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

Tipo de jabón	N	Media (%)	Mediana	D.S.	Min (%)	Max (%)
Formulación A-1	5	0.06	0.06	0.02	0.04	0.08
Formulación A-10	5	0.08	0.08	0.02	0.06	0.12
Formulación B-1	5	0.07	0.08	0.02	0.04	0.08
Formulación B-10	5	0.07	0.06	0.03	0.04	0.12
Formulación C-1	5	0.07	0.08	0.02	0.04	0.10
Formulación C-10	5	0.07	0.08	0.02	0.04	0.08
Formulación D-1	5	0.07	0.06	0.01	0.06	0.08
Formulación D-10	5	0.06	0.06	0.02	0.04	0.08

Fuente: Registro de investigación propio

La Tabla 3.29 presenta los resultados para los jabones líquidos evaluados, se observa que el mayor promedio corresponde al jabón cuya pasta es la A-10 con 0.08 de promedio – hay que recordar que se hicieron cinco repeticiones por cada tipo de pasta – el menor valor corresponde a la formulación de la pasta A-1 y D-10 con 0.06.

De acuerdo a las normas COVENIN 1623⁴⁴, el límite máximo admitido de álcali libre es de 0.07%. Los resultados obtenidos en la Tabla 3.20 muestran valores promedio entre 0.06% y 0.07%, que están dentro del rango aceptado, excepto la formulación A-10 que presenta un valor de 0.08%, sobrepasando ligeramente el límite permitido. Sin embargo, la Norma Técnica Ecuatoriana admite el límite máximo para álcali libre de 0.1% en las mismas condiciones de ensayo. Por consiguiente, se puede afirmar que el promedio de los resultados obtenidos para el porcentaje de álcali libre se encuentran dentro del rango aceptable para su uso.

A los resultados del álcali libre encontrado en los jabones líquidos se aplicó un análisis de varianza con la finalidad de observar diferencias significativas entre los

porcentajes de álcali libre de las distintas formulaciones, estos resultados se observan en la Tabla 3.30.

TABLA 3.30: Resumen ANOVA del álcali libre de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

	Suma de cuadrados	Gl	Media cuadrática	F	Sig.
Entre grupos	0.01	7	0.00	0.80	0.59
Dentro de grupos	0.01	32	0.00		
Total	0.02	39			

Fuente: Registro de investigación propio

Se observa en la Tabla 3.30, que la significancia encontrada fue de 0.59, considerando que se está trabajando a un nivel de significancia de 0.05, se puede concluir que las distintas formulaciones no difieren significativamente en cuanto al álcali libre, es decir, que cualquiera sea la pasta que se utilice, en cuanto al álcali libre, el tipo de pasta no repercute en el producto final que es el jabón líquido, por lo que se acepta la hipótesis nula de igualdad de grupos.

3.4.2 pH

El pH de las formulaciones se evaluó a través de una solución al 1% de estos jabones líquidos, de acuerdo a la norma ASTM vigente y descrita en el punto 2.3.4.2. Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente Tabla 3.22.

TABLA 3.31: Evaluación del pH de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

Tipo de jabón	N	Media	Mediana	D.S.	Min	Max
Formulación A-1	5	7.94	7.90	0.27	7.70	8.40
Formulación A-10	5	8.46	8.20	0.56	7.90	9.20
Formulación B-1	5	8.22	8.40	0.55	7.50	8.80
Formulación B-10	5	8.10	7.80	0.84	7.30	9.50
Formulación C-1	5	8.42	8.60	0.62	7.50	9.00
Formulación C-10	5	7.88	7.90	0.08	7.80	8.00
Formulación D-1	5	7.96	7.90	0.15	7.80	8.20
Formulación D-10	5	8.04	8.10	0.24	7.70	8.30

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.31 se observa que el mayor valor de pH pertenece al jabón A-10 con 9.20 y el valor más bajo de pH al B-10 con 7.30, además se observan los estadígrafos obtenidos para los 5 ensayos por cada tipo de formulación.

Los resultados obtenidos se encuentran dentro del rango de pH aceptado por las normas ASTM-D799-74, que acepta un pH de 4 a 10.

Por otro lado, se encontró que los valores de pH obtenidos tienen similitud con los valores de pH de otros jabones líquidos y sólidos que se comercializan en el mercado, que van desde 7.0 a 10.21, esto según una investigación realizada sobre el pH de los jabones publicada en la revista “Dermatología venezolana”⁴⁵. Por consiguiente se puede afirmar que los jabones obtenidos en esta investigación, cumplen con los parámetros de pH para su uso.

A los resultados del pH medido en los jabones líquidos se aplicó un análisis de varianza con la finalidad de observar diferencias significativas entre las distintas formulaciones, estos resultados se observan en la Tabla 3.32.

TABLA 3.32: ANOVA del pH de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

	Suma de cuadrados	Gl	Media cuadrática	F	Sig.
Entre grupos	1.69	7	0.24	1.03	0.43
Dentro de grupos	7.51	32	0.23		
Total	9.20	39			

Fuente: Registro de investigación propio

La Tabla 3.32 muestra que la significancia hallada fue de 0.43, al igual que los ensayos anteriores se trabajó a un nivel de significancia de 0.05, por lo que no se rechaza la hipótesis nula de igualdad de grupos, y se concluye que las distintas formulaciones no difieren significativamente en cuanto al pH, es decir, que cualquiera sea la pasta utilizada no repercute en el pH final del jabón líquido.

3.4.3 Viscosidad

La viscosidad se midió con el viscosímetro DV-III Ultra. Tal como se muestra en la Figura 3.9.



Figura 3.10. Medida de la viscosidad

Fuente: Tomado del trabajo en laboratorio

Los resultados de la viscosidad de los distintos jabones elaborados con las distintas pastas se aprecian en la Tabla 3.33.

TABLA 3.33: Evaluación de la viscosidad de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

Tipo de jabón	N	Media (cP)	Mediana (cP)	D.S.	Min (cP)	Max (cP)
Formulación A-1	5	3862.00	3850.00	77.26	3780.00	3990.00
Formulación A-10	5	3846.80	3860.00	33.48	3790.00	3870.00
Formulación B-1	5	3784.00	3780.00	35.07	3750.00	3840.00
Formulación B-10	5	3792.00	3830.00	66.48	3710.00	3850.00
Formulación C-1	5	3804.20	3802.00	47.11	3740.00	3870.00
Formulación C-10	5	3775.00	3770.00	36.74	3725.00	3820.00
Formulación D-1	5	3811.00	3790.00	39.75	3770.00	3865.00
Formulación D-10	5	3792.00	3790.00	47.12	3750.00	3870.00

Fuente: Registro de investigación propio

De acuerdo a los resultados obtenidos en la Tabla 3.33, la mayor viscosidad promedio pertenece al jabón líquido A-1 con 3862cp y la menor viscosidad al jabón C-10 con 3775cp.

Los resultados obtenidos para la viscosidad son aceptados por las normas ASTM-D799-74, que admite valores de 500cP a 5000cP.

Por otro lado, la viscosidad del jabón líquido que se usó como control, presentó una viscosidad de 2998cP. Por lo que se puede concluir que los valores de viscosidad obtenidos en los ensayos de jabones líquidos con base de aceite vegetales, se parecen al del jabón comercial usado y por lo tanto su uso es aceptable.

El análisis ANOVA realizado a los resultados de la viscosidad en los jabones líquidos, se expresan en la siguiente Tabla:

TABLA 3.34: ANOVA de la viscosidad de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Entre grupos	33103.77	7	4729.11	1.88	0.11
Dentro de grupos	80441.60	32	2513.80		
Total	113545.37	39			

Fuente: Registro de investigación propio

Los resultados del análisis de varianza se muestra en Tabla 3.25, el mismo que se realizó a un nivel de confianza del 0.05, la significancia encontrada fue de 0.11, por lo que no se rechaza la hipótesis nula de igualdad de grupos, y se concluye que las distintas formulaciones no difieren significativamente en cuanto a la viscosidad, es decir, que cualquiera sea la pasta que se utilice no repercute en el producto final que es el jabón líquido.

3.4.4 Porcentaje de glicerina presente en el jabón

Para la determinación del porcentaje de glicerina, se utilizó el método práctico descrito por la ASTM y que se detalla en el punto 2.3.4.4. Para este fin se trabajó con los cuatro tipos de jabones líquidos (A, B, C y D), pero debido a los reactivos utilizados y la propia metodología que importa varios pasos en su desarrollo, solo se trabajó con la primera formulación por cada jabón líquido, y se realizó dos repeticiones por cada una. Los resultados de esta determinación se observan en la Tabla 3.26.

TABLA 3.35: Determinación del porcentaje de glicerina de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

Tipo de jabon	N	Media (%)	Desviación estándar	Mínimo (%)	Máximo (%)
Formulación A-1	2	9.82	0.39	9.55	10.10
Formulación B-1	2	9.51	0.43	9.21	9.82
Formulación C-1	2	9.58	0.47	9.25	9.92
Formulación D-1	2	9.36	0.58	8.95	9.77
Total	8	9.57	0.40	8.95	10.10

Fuente: Registro de investigación propio

Con estos resultados también se realizó un análisis de varianza para determinar las diferencias significativas entre los grupos de evaluación, estos resultados se observan en la Tabla 3.36.

TABLA 3.36: ANOVA del porcentaje de glicerina de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

	Suma de cuadrados	Gl	Media cuadrática	F	Sig.
Entre grupos	0.22	3	0.07	0.33	0.80
Dentro de grupos	0.90	4	0.22		
Total	1.12	7			

Fuente: Registro de investigación propio

El nivel de confianza con el que se trabajó es de 0.05, los resultados mostrados en la Tabla 3.27 presentan una significancia de 0.80, por lo que se acepta la hipótesis nula de igualdad de grupos, y se concluye que el porcentaje de glicerina calculado no difiere entre los distintos jabones líquidos obtenidos, presentado por tanto cada formulación presenta un valor aproximado de 9.57% de glicerina.

Los jabones líquidos comerciales presentan menores porcentajes de glicerina en su formulación, tal es así que se puede encontrar jabones con 2% y 5% de glicerina.

Por otro lado, el porcentaje de glicerina obtenido se encuentra dentro de los parámetros recomendados que admite hasta un 15% de glicerina en la formulación¹⁴, siendo lo más conveniente para la piel, un porcentaje del 10% para brindar suavidad a la piel del usuario.

3.4.5 Porcentaje de detergencia de los jabones líquidos

Para la determinación del porcentaje de detergencia del producto terminado, se utilizó el método práctico descrito en el punto 2.3.2.1. Para este fin se trabajó con los cuatro tipos de jabones líquidos (A, B, C y D). Los resultados de esta determinación se observan en la Tabla 3.37.

TABLA 3.37: Determinación del porcentaje de detergencia de las formulaciones de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

Tipo de jabón	N	Media (%)	Mediana (%)	D.S.	Min (%)	Max (%)
Formulación A-1	5.00	86.50	86.27	3.25	82.00	90.10
Formulación A-10	5.00	85.31	86.00	2.28	82.18	88.12
Formulación B-1	5.00	84.11	83.00	3.38	81.00	90.10
Formulación B-10	5.00	83.14	84.00	2.39	82.18	88.24
Formulación C-1	5.00	88.10	88.00	0.94	87.13	89.11
Formulación C-10	5.00	86.70	87.13	2.31	83.00	89.00
Formulación D-1	5.00	86.71	86.27	1.90	84.16	89.00
Formulación D-10	5.00	86.10	86.14	2.29	83.00	89.22

Fuente: Registro de investigación propio

De acuerdo a los resultados obtenidos en la Tabla 3.37, el mayor porcentaje de detergencia promedio pertenece al jabón líquido C-1 con 88.10% y el menor porcentaje al jabón B-10 con 83.14%. Estos resultados se encuentran por encima de los obtenidos por el grupo control, que fue de 84.56%. Por lo que se puede concluir que los valores de porcentaje de detergencia obtenidos en los ensayos de jabones líquidos con base de aceite vegetales, se parecen al del jabón comercial usado y por lo tanto su uso es aceptable.

A continuación se presenta una Tabla resumen de todos los controles de calidad fisicoquímicos realizados a los cuatro tipos de jabón líquido elaborados.

TABLA 3.38: Resumen de los valores de control d calidad fisicoquímico de jabones líquidos elaborados a partir de las pastas de jabón A, B, C y D

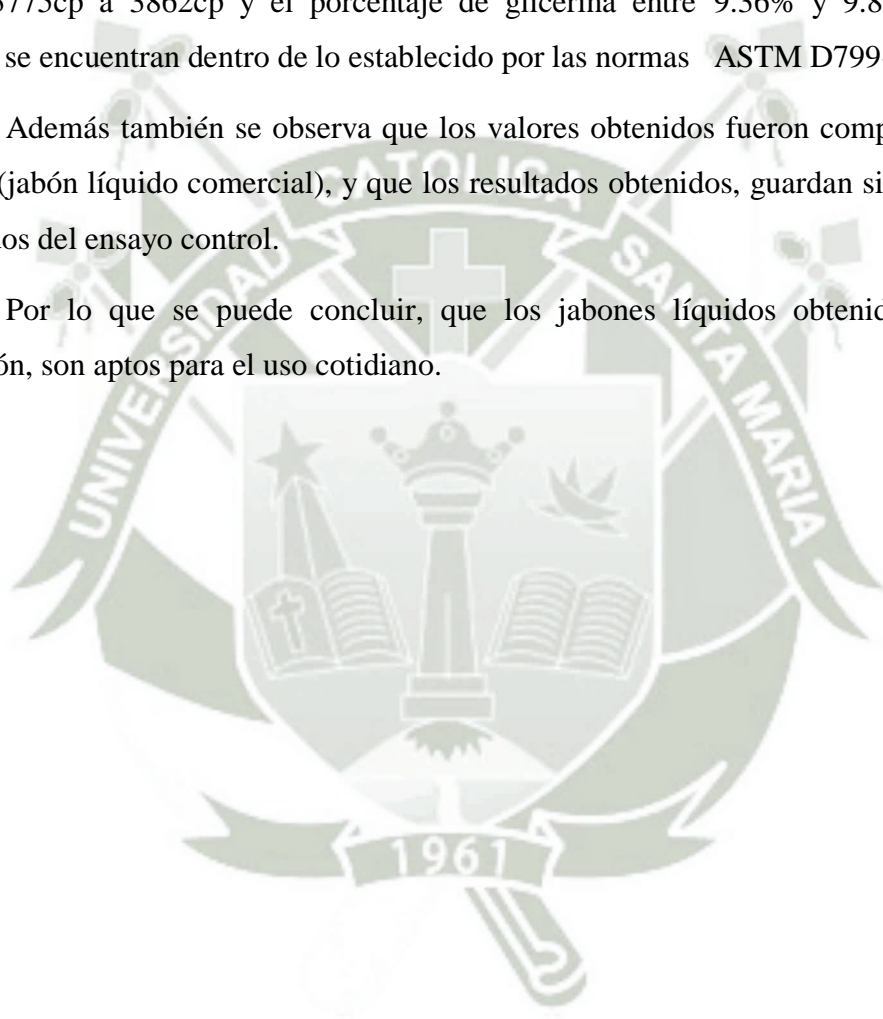
Tipo de jabón	Álcali libre	pH	Viscosidad	Glicerina	Detergencia
	(%)		(cP)	(%)	(%)
Formulación A-1	0.06	7.94	3862	9.82	86.50
Formulación A-10	0.08	8.46	3846.8	-	85.31
Formulación B-1	0.07	8.22	3784	9.51	84.11
Formulación B-10	0.07	8.1	3792	-	83.14
Formulación C-1	0.07	8.42	3804.2	9.58	88.10
Formulación C-10	0.07	7.88	3775	-	86.70
Formulación D-1	0.07	7.96	3811	9.36	86.71
Formulación D-10	0.06	8.04	3792	-	86.10
Control	0.03	8.60	2998	-	79.45

Fuente: Registro de investigación propio

En la Tabla 3.38, se muestra un resumen de los pruebas de control de calidad fisicoquímico que se realizó a los jabones líquidos obtenidos de las distintas pastas. Estas pruebas incluyeron porcentaje de álcali libre, pH, viscosidad, porcentaje de glicerina y porcentaje de detergencia. Se encontró que el valor promedio de álcali libre está en un rango de 0.06 a 0.08, encontrándose dentro de los parámetros establecidos por la norma COVENIN y la Norma Técnica ecuatoriana, respecto al pH también se encontró que se encuentra dentro del rango establecido por la ASTM, en cuanto a la viscosidad estaba en un rango de 3775cp a 3862cp y el porcentaje de glicerina entre 9.36% y 9.82%, ambos parámetros se encuentran dentro de lo establecido por las normas ASTM D799-74.

Además también se observa que los valores obtenidos fueron comparados con un control (jabón líquido comercial), y que los resultados obtenidos, guardan similitud con los resultados del ensayo control.

Por lo que se puede concluir, que los jabones líquidos obtenidos en esta investigación, son aptos para el uso cotidiano.





CAPÍTULO IV.
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 CONCLUSIONES

PRIMERA

Se obtuvo 4 tipos de jabón líquido producto de la saponificación de diferentes mezclas de aceite de coco, aceite de girasol, aceite de ricino, aceite de soya y aceite de oliva.

SEGUNDA

Se obtuvo cuatro tipos de pastas de jabón o jabón base para el desarrollo de jabones líquidos. La primera se denominó formulación tipo A (Tabla 3.4). La segunda, fue la formulación tipo B (Tabla 3.6). La tercera formulación se denominó tipo C (Tabla 3.8). Finalmente la cuarta formulación se denominó tipo D (Tabla 3.10). Todas estas mezclas a distintas proporciones sumaban un total 50g para cada tipo de pasta.

TERCERA

Los factores que condicionan la obtención de pastas de jabón por saponificación son:

- En primer lugar el exceso de hidróxido de potasio añadido con el fin de lograr completa saponificación, y se determinó que un exceso del 5% es suficiente para lograr una la obtención de jabones líquidos con pH aceptable.
- En segundo lugar, se determinó que a mayor temperatura de saponificación (70-80°C) menor tiempo del proceso.
- El tiempo de reposo promedio para la pasta es de 15 días.
- Se determinó que el aceite de coco y soya repercuten en la cantidad de pasta final obtenida (Tabla 3.9 y Tabla 3.11) cuando estos aceites están en una mezcla de dos, junto al de girasol y ricino respectivamente.

CUARTA

Se determinó que las formulaciones que contienen 25g de pasta en la solución acuosa (A-10b, B-10b, C-10b y D-10b) presentan un porcentaje de detergencia suficiente para retirar material grasoso desde un 79.62% hasta un 81.35%.

QUINTA

Se realizó un control de calidad a los jabones líquidos obtenidos de las distintas pastas, que incluyeron porcentaje de álcali libre, pH, viscosidad, porcentaje de glicerina y porcentaje de detergencia. Se encontró que la viscosidad estaba en un rango de 3775cP a 3862cP y el porcentaje de glicerina entre 8.95% y 10.10%, lo que demuestra que se encuentran en el rango sugerido por las normas ASTM D799-74.



4.2 RECOMENDACIONES

PRIMERA

Se sugiere realizar estudios de aceptabilidad a gran escala a fin de determinar su satisfacción de parte de potenciales consumidores.

SEGUNDA

Formular y evaluar jabones líquidos obtenidos mediante pastas de jabón que incluyan sustancias antisépticas o desinfectantes.

TERCERA

Se sugiere realizar pruebas de limpieza y detergencia *in vivo* de los jabones líquidos obtenidos a partir de pastas de jabón, así como pruebas de tolerancia cutánea y reacciones de hipersensibilidad.

CUARTA

Realizar ensayos de identificación de riesgos de uso cuando el jabón líquido elaborado entra en contacto con los ojos, cuando es inhalado o ingerido por accidente y cuando hay una sobrexposición aguda o crónica.

QUINTA

Realizar pruebas para quitar diferentes tipos de manchas en la piel, como por ejemplo; manchas pigmentarias (tintas de plumón), manchas proteínicas (sangre) entre otros.

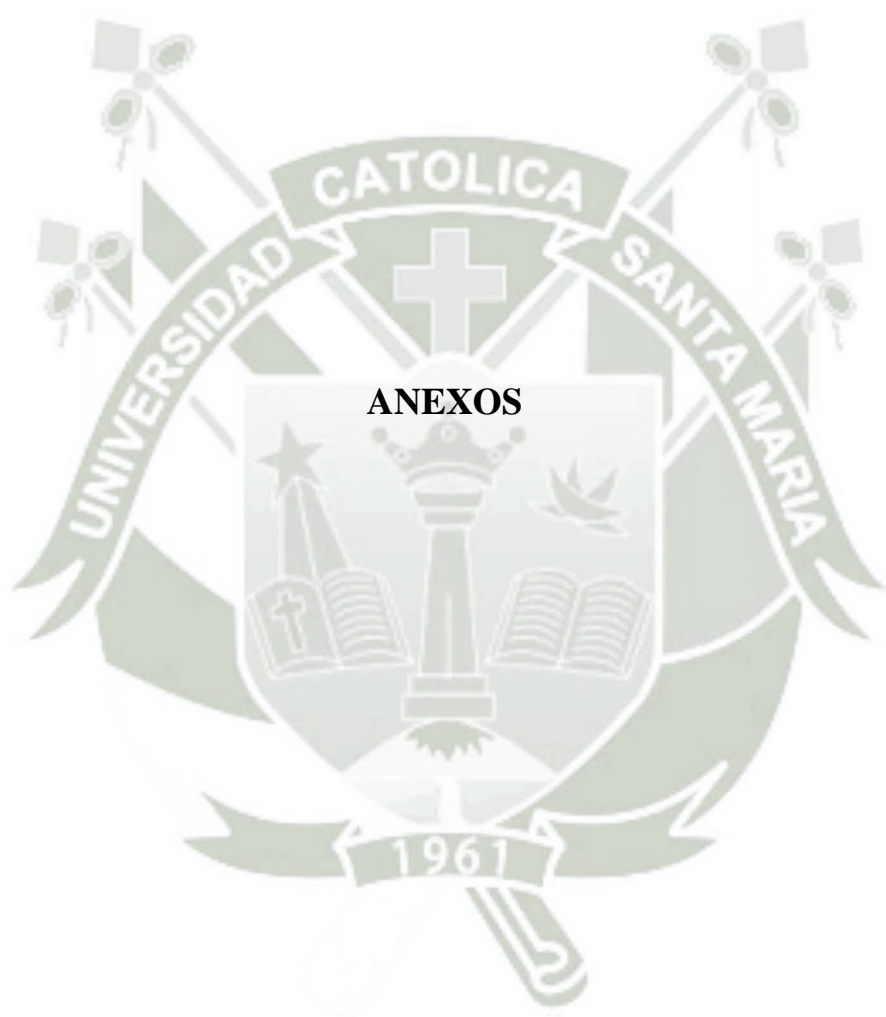
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ashenburg K. The Dirt on Clean: An Unsanitized History. New York: North Point Press; 2007. p. 13-32.
2. Plinio C. Cartas. Madrid: Editorial Gredos; 2005.
3. Bailey A, Shahidi F. Bailey's industrial oil & fat products. 2da. ed. Hoboken, N.J.: John Wiley & Sons; 2005. p. 4-18, 107 – 152.
4. Ho L. Formulating detergents and personal care products. Champaign, Ill.: AOCS Press; 2000.
5. Morrison R, Boyd R. Química orgánica. 5ta. ed. México: Addison Wesley; 1998. p. 1241 – 1249.
6. Gomollón F. Esquema de una molécula de jabón con sus dos partes [Internet]. Instituto de Síntesis Química y Catálisis Homogénea. [consulta 15 Marzo 2016]. Disponible en: http://cdnb.20m.es/ciencia-para-llevar-csic/files/2014/07/molecula_micela.jpg
7. Ziller S, Fuente J. Grasas y aceites alimentarios. Zaragoza: Acribia; 1996.
8. Robles Sánchez R. Producción de oleaginosas y textiles. México, D.F.: Editorial Limusa; 1980.
9. McMurry J, Fay R, Robinson J. Chemistry. 6ta. ed. USA: Pearson Education inc; 2012. pp. 112 – 149, 538 – 585.
10. Butler H, Poucher W. Poucher's perfumes, cosmetics, and soaps. 10ma ed. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers; 2000. pp. 453 – 465.
11. Shahidi F. Bailey's industrial oil and fat products. 6ta ed. Hoboken: John Wiley & Sons, INC. pp. 123 – 146, 303 – 328, 577 – 641, 655 – 725.

12. Spitz L. Soap manufacturing technology. Highland Park, Illinois: AOCS Press; 2010. pp. 13-33, 307-311.
13. Firestone D. Physical and Chemical Characteristics of Oils, Fats, and Waxes (3rd Edition). Champaign, Illinois: AOCS Press; 2006.
14. Simmons J, Fresno Contreras M, Jiménez Soriano M, Alba Romero S. Cosméticos. [Madrid, España]: A. Madrid Vicente; 2000. pp. 158-166.
15. UGR. Producción de hidroxietilcelulosa [Internet]. Departamento de Ingeniería Química. 2010 [consultado 13 Noviembre 2015]. Disponible en: http://www.ugr.es/~iquimica/PROYECTO_FIN_DE_CARRERA/lista_proyectos/p140.htm
16. ACOFARMA. Polietilenglicol 400: Fichas de información técnica.
17. Estructura química de polietilenglicol [Internet]. Wikiwand. [consultado 10 Noviembre 2015]. Disponible en: <http://www.wikiwand.com/es/Polietilenglicol>
18. Bonadeo I. Cosméticos extracutáneos. Cosmetología estética e higiénica. Química, química física y técnica de preparación de productos para la Cosmética. Ed. Científica - Médica; 1964. pp. 229 – 236.
19. Wigner J. La Fabricación de Jabones y sus Procesos Químicos Manual para uso de Estudiantes y Fabricantes de Jabones Duros. Brooklyn, N.Y. USA: Editorial Técnica Unida; 1942. pp. 9 – 20, 24 – 30- 34.
20. Borrás W. Tecnologías de Jabones, Grasas y Aceites: Teoría Básica de Jabones. [Internet]. 2013 [consultado 29 November 2015]. Disponible en: <http://teoriadejabones.blogspot.pe/2013/12/saponificacion-y-neutralizacion.html>
21. Kirk R, Othmer D, Carrera O. Enciclopedia de Tecnología Química. México: Limusa; 1998. pp. . 783- 787, 795- 802.

22. Helman J. Farmacotecnia. México: Editorial continental; 1983. pp. 517- 522, 1490 - 1494, 2104- 2316.
23. Borrás W. Esquema de fabricación intermitente. [Internet]. 2013 [consultado 29 Noviembre 2015]. Disponible en: <http://goo.gl/zAUvwH>
24. Borrás W. Esquema de fabricación continua. [Internet]. 2013 [consultado 29 Noviembre 2015]. Disponible en: <http://goo.gl/WohSef>
25. Mohrig J. Principles of Biochemistry. 5ta ed. W H Freeman; 2009. Caps 10, 11
26. Guillén E. Clasificación de los Lípidos. [Internet]. [consultado 29 Noviembre 2015]. Disponible en: <http://interbiologia.virtualave.net/molecula/lipsapon.htm>
27. Lide D. CRC handbook of chemistry and physics. New York: CRC press; 1998.
28. UNAM. Guía Interactiva de Bioquímica Estructural. [Internet]. 2013 [consultado 1 Octubre 2015]. Disponible en: <http://laguna.fmedic.unam.mx/~3dmolvis/lipido/index.html>
29. Martini M. Introduction à la dermopharmacie et à la cosmétologie. 3ra ed. Paris: Lavoisier; 2011.
30. © Snapgalleria. Capas de la piel. [Internet]. [consultado 23 Marzo 2016]. Disponible en: <http://thumbs.dreamstime.com/x/anatoma-de-la-piel-31606299.jpg>
31. Arndt K. Manual de terapéutica dermatológica. Madrid: Médica Panamericana; 1986.
32. Navarrete G. Histología de la piel. Revista Facultad Medicina UNAM. 2016; 46(4):130-133.
33. Thibodeau G, Patton K. Anatomía y fisiología. 6th ed. Madrid: Elsevier España; 2007.
34. Le Vay d. Anatomía y fisiología humana. 2da ed. Barcelona: Paidotribo; 2004.
35. Aguila B, Meneses R. Extracto acuso de escoba amarga: estudio preliminar de sus propiedades. Revista Cubana De Plantas Medicinales. 2000;5(3):123.

36. De la Vega P. Extractos vegetales en cosmética. 2013. pp. 35-44.
37. COVENIN. Aceites y grasas vegetales, Determinación de Índice de Saponificación. COVENIN 323. 1998.
38. ASTM. Standard Test Methods for Sampling and Chemical Analysis of Soaps and Soap Products. 2014. pp. 5 – 17.
39. Gómez Herrera C. Detergencia. Sus principales mecanismos. Grasas y Aceites. 1996;47(6):419-435.
40. Failor C. Making natural liquid soaps. Pownal, VT: Storey Books; 2001. pp. 28 – 65, 98 – 114.
41. Farmacopea de los Estados Unidos de América, USP 37, 2014. Rockville, MD: United States Pharmacopeial Convention; 2014. pp. 233-238.
42. ANMAT. Alimentos Grasos Aceites Alimenticios [Internet]. Anmat.gov.ar. 2016 [consultado 15 Julio 2016]. Disponible en: <http://www.anmat.gov.ar/>. pp. Cap. VII Art 528, 533, 535, 538
43. Connors K, Guzmán Chozas M, G. Asuero A. Curso de análisis farmacéutico. Barcelona, España: Reverté; 1981. pp. 528-529.
44. COVENIN. Jabones. Determinación de ácido o álcali libre. Norma Venezolana COVENIN 1623. 1998.
45. D'Santiago I, Vivas M. El pH de los jabones. Dermatología Venezolana. 2016;34(3):119-120.



ANEXOS

ANEXO 1

PILOTO: DETERMINACION DE LA DETERGENCIA

Formulaciones	N° de ensayo		% de Detergencia
Grupo Formulación A-10a	1		49.50
	2		37.62
	3		32.00
	4		32.35
	5		35.92
	Total	N	5
Grupo Formulación A-10b	1		67.00
	2		72.55
	3		87.13
	4		84.00
	5		89.11
	Total	N	5
Grupo Formulación A-10c	1		84.31
	2		84.47
	3		92.38
	4		90.10
	5		81.31
	Total	N	5
Control	1		22.00
	2		24.51
	3		27.62
	4		20.00
	5		30.00
	Total	N	5
Total	N		20

ANEXO 2

BASE DE DATOS: DETERMINACION DE LA VISCOSIDAD

Formulaciones	N° de ensayo		Centipoise (cP)
Grupo Formulación A	1		989.00
	2		956.00
	3		1102.00
	4		896.00
	5		1050.00
	Total	N	5
Grupo Formulación B	1		3844.00
	2		3793.00
	3		3870.00
	4		3680.00
	5		3785.00
	Total	N	5
Grupo Formulación C	1		4215.00
	2		4150.00
	3		3986.00
	4		4056.00
	5		4128.00
	Total	N	5
Jabón comercial	1		3789.00
	2		3560.00
	3		3760.00
	4		3660.00
	5		3578.00
	Total	N	5
Control	1		255.00
	2		245.00
	3		265.00
	4		223.00
	5		215.00
	Total	N	5
Total	N		25

ANEXO 3

BASE DE DATOS: CONTROL DE CALIDAD

Tipo de jabón líquido		Álcali libre (%)	pH	Viscosidad (cP)
Formulación A-1	1	.08	8.40	3990.00
	2	.06	7.90	3850.00
	3	.04	7.90	3840.00
	4	.04	7.70	3780.00
	5	.06	7.80	3850.00
	Total	N	5	5
Formulación A-10	1	.12	9.20	3844.00
	2	.08	8.90	3860.00
	3	.06	8.10	3870.00
	4	.06	8.20	3870.00
	5	.08	7.90	3790.00
	Total	N	5	5
Formulación B-1	1	.08	8.60	3750.00
	2	.08	8.80	3840.00
	3	.08	8.40	3790.00
	4	.04	7.50	3780.00
	5	.06	7.80	3760.00
	Total	N	5	5
Formulación B-10	1	.12	9.50	3830.00
	2	.08	8.20	3840.00
	3	.06	7.70	3850.00
	4	.04	7.30	3710.00
	5	.06	7.80	3730.00
	Total	N	5	5
Formulación C-1	1	.08	8.60	3740.00

	2		.10	9.00	3870.00
	3		.08	8.90	3819.00
	4		.04	7.50	3790.00
	5		.06	8.10	3802.00
	Total	N	5	5	5
Formulación C-10	1		.08	8.00	3760.00
	2		.08	7.80	3725.00
	3		.06	7.90	3800.00
	4		.08	7.90	3770.00
	5		.04	7.80	3820.00
	Total	N	5	5	5
Formulación D-1	1		.06	7.80	3770.00
	2		.06	7.90	3865.00
	3		.08	8.20	3790.00
	4		.07	8.00	3840.00
	5		.06	7.90	3790.00
	Total	N	5	5	5
Formulación D-10	1		.08	8.30	3870.00
	2		.06	8.20	3790.00
	3		.04	7.70	3790.00
	4		.04	7.90	3760.00
	5		.06	8.10	3750.00
	Total	N	5	5	5
Total	N		40	40	40

Solución Indicadora de Almidón—Mezclar 1 g de almidón soluble con suficiente agua fría para obtener una pasta fina. Agregar, mezclando, a 100 mL de agua hirviendo. Mezclar y enfriar. Emplear sólo la solución transparente.

Procedimiento—Fundir la muestra si no estuviera líquida todavía. [NOTA—La temperatura durante la fusión debe exceder el punto de fusión de la muestra en no más de 10°.] Pasar a través de dos trozos de papel de filtro para eliminar cualquier impureza sólida y los últimos restos de humedad. El filtrado puede realizarse en un horno de aire a 100° pero debe completarse dentro de los 5 minutos \pm 30 segundos. La muestra debe estar absolutamente seca. Todo el material de vidrio debe estar absolutamente limpio y completamente seco. Después del filtrado, dejar que la muestra filtrada alcance una temperatura de 68°–71 \pm 1° antes de pesar la muestra. Una vez que la muestra alcance una temperatura de 68°–71 \pm 1°, pesar inmediatamente la muestra en un matraz para yodo de 500 mL, ajustándose a los pesos y la exactitud de pesada de la tabla adjunta. [NOTA—El peso de la sustancia debe ser tal que se produzca un exceso de yodocloruro SR de 50–60% de la cantidad agregada, es decir, del 100–150% de la cantidad absorbida.] Agregar 15 mL de una mezcla recién preparada de ciclohexano y ácido acético glacial (1:1) y agitar por rotación suave hasta disolver la muestra. Agregar 25,0 mL de yodocloruro SR, tapar el matraz de forma segura y agitar por rotación suave para mezclar. Dejar en reposo a 25 \pm 5°, protegido de la luz, agitando ocasionalmente, durante 1,0 ó 2,0 horas, dependiendo del Índice de Yodo (IV) de la muestra: IV < 150, 1,0 hora; IV \geq 150, 2,0 horas. Luego, dentro de los 3 minutos después del tiempo de reacción indicado, agregar en este orden, 20 mL de *Solución de Yoduro de Potasio* y 150 mL de agua recién hervida y enfriada, y mezclar. Dentro de los 30 minutos, valorar el yodo liberado con tiosulfato de sodio 0,1 N SV mientras se mezcla mecánicamente después de cada adición de tiosulfato. Cuando el color amarillo del yodo haya desaparecido casi por completo, agregar 1–2 mL de *Solución Indicadora de Almidón* y continuar la valoración con tiosulfato de sodio 0,1 N SV hasta que desaparezca el color azul. Realizar una prueba blanco al mismo tiempo, con las mismas cantidades de los mismos reactivos y de la misma forma (ver *Volumetría* (541) *Valoraciones Residuales*). Calcular el Índice de Yodo, según se indica en *Método I*.

ÍNDICE DE PERÓXIDO

El Índice de Peróxido es el número que expresa, en miliequivalentes de oxígeno activo, la cantidad de peróxido contenido en 1000 g de la sustancia. [NOTA—Esta prueba debe realizarse inmediatamente después de tomar la muestra para evitar la oxidación de la muestra de prueba.]

Procedimiento—A menos que se indique algo diferente, colocar aproximadamente 5 g de la sustancia, pesada con exactitud, en un matraz Erlenmeyer de 250 mL con tapón de vidrio esmerilado. Agregar 30 mL de una mezcla de ácido acético glacial y cloroformo (3:2), agitar hasta disolver y agregar 0,5 mL de solución de yoduro de potasio saturada. Agitar durante 1 minuto exactamente y agregar 30 mL de agua. Valorar con tiosulfato de sodio 0,01 N SV, agregando lentamente la solución volumétrica y agitando continuamente, hasta que el color amarillo desaparezca casi por completo. Agregar 5 mL de almidón SR y continuar la valoración, agitando enérgicamente, hasta que desaparezca el color azul. Realizar una determinación con un blanco en las mismas condiciones. [NOTA—El volumen de solución volumétrica empleada en la determinación con el blanco no debe exceder 0,1 mL.] Calcular el Índice de Peróxido:

$$\text{Resultado} = [1000 (V_r - V_b) \times N]/W$$

V_r = volumen de tiosulfato de sodio 0,01 N consumido en la prueba real (mL)

V_b = volumen de tiosulfato de sodio 0,01 N consumido en la prueba del blanco (mL)

N = normalidad exacta de la solución de tiosulfato de sodio

W = peso de la sustancia tomada para la prueba (g)

ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN

El Índice de Saponificación es el número de mg de hidróxido de potasio necesario para neutralizar los ácidos libres y saponificar los ésteres existentes en 1,0 g de la sustancia.

Procedimiento—Colocar 1,5–2 g de la sustancia, pesados con exactitud, en un matraz tarado de 250 mL y agregar 25,0 mL de hidróxido de potasio alcohólico 0,5 N. Calentar el matraz en un baño de vapor, bajo un condensador adecuado para mantener el reflujo durante 30 minutos, rotando el contenido con frecuencia. [NOTA—El tiempo de reflujo puede ser de hasta 90 minutos para asegurar la saponificación completa, dependiendo del tipo de éster a analizar.] Agregar a continuación 1 mL de fenoltaleína SR y valorar el exceso de hidróxido de potasio con ácido clorhídrico 0,5 N SV. Realizar una determinación con un blanco en las mismas condiciones (ver *Volumetría* (541), *Valoraciones Residuales*). La valoración también puede realizarse potenciométricamente. Calcular el Índice de Saponificación:

$$\text{Resultado} = [M_r \times (V_b - V_r) \times N]/W$$

M_r = peso molecular del hidróxido de potasio, 56,11

V_b = volumen de ácido clorhídrico 0,5 N consumido en la prueba del blanco (mL)

V_r = volumen de ácido clorhídrico 0,5 N consumido en la prueba real (mL)

N = normalidad exacta del ácido clorhídrico

W = peso de la sustancia tomada para la prueba (g)

Si el aceite se ha saturado con dióxido de carbono con el propósito de conservarlo, dejarlo en una cápsula poco profunda en un desecador de vacío durante 24 horas antes de pesar las muestras de prueba.

MATERIA INSAPONIFICABLE

El término “materia insaponificable” en aceites o grasas, se refiere a aquellas sustancias que no son saponificables por medio de hidróxidos alcalinos, pero que son solubles en disolventes de grasas ordinarios, y a los productos de saponificación que son solubles en dichos disolventes.

Procedimiento—Transferir aproximadamente 5,0 g del aceite o grasa, pesados con exactitud, a un matraz Erlenmeyer de 250 mL, agregar 50 mL de una solución de hidróxido de potasio alcohólico preparada disolviendo 12 g de hidróxido de potasio en 10 mL de agua y diluyendo esta solución con alcohol hasta 100 mL, y calentar el matraz en un baño de vapor bajo un condensador adecuado para mantener el reflujo durante 1 hora, agitando frecuentemente por rotación suave. Enfriar a una temperatura inferior a 25° y transferir el contenido del matraz a un separador con una llave de paso de teflón, enjuagando el matraz con dos porciones de 50 mL de agua que se agregan al separador (no usar grasa en la llave de paso). Extraer con tres porciones de 100 mL de éter, combinando los extractos de éter en otro separador que contenga 40 mL de agua. Rotar o agitar suavemente el separador durante unos minutos. [NOTA—Si se agita con demasiada fuerza, puede formarse una emulsión difícil de separar.] Dejar que la mezcla se separe y desechar la fase acuosa inferior. Lavar el extracto de éter con dos porciones adicionales de 40 mL de agua y desechar la fase acuosa inferior. Lavar el extracto de éter sucesivamente con una porción de 40 mL de solución de hidróxido de potasio (3 en 100) y una porción de 40 mL de agua. Repetir tres veces esta secuencia de lavado con solución de hidróxido de potasio y agua. Lavar el extracto de éter con porciones de 40 mL de agua hasta que el último lavado no se torne rojo con la adición de 2 gotas de fenoltaleína SR. Transferir el extracto de éter a un matraz tarado y enjuagar el separador con 10 mL de éter, agregando los enjuagues al matraz. Evaporar el éter en un baño de vapor y agregar 6 mL de acetona al residuo. Extraer la acetona en una corriente de aire y secar el residuo a 105° hasta que las pesadas sucesivas difieran en no más de 1 mg. Calcular el porcentaje de materia insaponificable en la porción de aceite o grasa tomada:

$$\text{Resultado} = 100 \times (W_R/W_S)$$

W_R = peso del residuo (g)

W_S = peso del aceite o grasa tomado para la prueba (g)

Disolver el residuo en 20 mL de alcohol, neutralizado previamente en el punto final de la fenoltaleína, agregar fenoltaleína SR y valorar con hidróxido de sodio alcohólico 0,1 N SV hasta la primera aparición de un color rosado pálido que permanezca durante no menos de 30 segundos. Si el volumen requerido de hidróxido de sodio alcohólico 0,1 N es superior a 0,2 mL, la separación de las capas no fue completa; el residuo pesado no puede considerarse como “materia insaponificable” y debe repetirse la prueba.

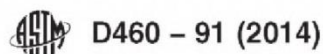
TEMPERATURA DE SOLIDIFICACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS

Preparación de los Ácidos Grasos—Calentar 75 mL de solución de glicerina-hidróxido de potasio (preparada disolviendo 25 g de hidróxido de potasio en 100 mL de glicerina) en un vaso de precipitados de 800 mL a 150° y agregar 50 mL de la grasa clarificada, fundida si fuera necesario. Calentar la mezcla durante 15 minutos mezclando con frecuencia, pero sin permitir que la temperatura sobrepase los 150°. La saponificación se considera completa cuando la mezcla es homogénea, sin partículas que se adhieran al vaso de precipitados en el menisco. Verter el contenido del vaso de precipitados en 500 mL de agua próxima a su punto de ebullición, en una cápsula con mango o un vaso de precipitados de 800 mL, agregar lentamente 50 mL de ácido sulfúrico diluido [preparado agregando agua y ácido sulfúrico (3:1)] y calentar la solución, mezclando con frecuencia, hasta que los ácidos grasos se separen claramente, formando una capa transparente. Lavar los ácidos con agua hirviendo hasta que queden libres de ácido sulfúrico, recogerlos en un vaso de precipitados pequeño, colocar en un baño de vapor hasta que el agua se haya sedimentado y los ácidos grasos se vuelvan transparentes, filtrar en un vaso de precipitados seco mientras esté caliente y secar a 105° durante 20 minutos. Colocar los ácidos grasos aún calientes en un recipiente adecuado y enfriar en un baño de hielo hasta que se solidifiquen.

Prueba de Saponificación Completa—Colocar 3 mL de los ácidos secos en un tubo de ensayo y agregar 15 mL de alcohol. Calentar la solución a ebullición y agregar un volumen igual de hidróxido de amonio 6 N. Se obtiene una solución transparente.

Procedimiento—Empleando un aparato similar al *Aparato de Temperatura de Solidificación* especificado en el capítulo *Temperatura de Solidificación* <651>, proceder según se indica en *Procedimiento*, leyendo “temperatura de solidificación” por “punto de solidificación” (los términos son sinónimos). El promedio de no menos de cuatro lecturas consecutivas del punto más alto al que llega la temperatura es la temperatura de solidificación de los ácidos grasos.

ANEXO 5
MÉTODO ANALÍTICO DEL ÁLCALI LIBRE SEGÚN ASTM



FREE ALKALI OR FREE ACID

21. Procedure

21.1 Heat the reserved filtrate from the determination of total matter insoluble in alcohol (Section 20) to incipient boiling, add 0.5 mL of a 1 % solution of phenolphthalein, titrate with standard acid or alkali solution, and calculate to sodium hydroxide (NaOH) (or potassium hydroxide (KOH)) if alkaline, or to oleic acid, if acid.

NOTE 4—In the analysis of soaps known to contain little or no alkaline salts, it is unnecessary to filter the hot alcoholic soap solution as described in Section 20. However, the filtration should be carried out in all cases where alkaline salts such as silicates, phosphates, borates, and similar salts are present, since these are known to affect the free alkali determination. Free alkali values in soap or surfactant mixtures containing borax are unreliable due to solubility of borax in hot alcohol. In this case, see Sections 56 – 58 to determine the percentage of borax present, titrate an equivalent amount of borax with the standard acid, and subtract this titer from the one obtained in 21.1 before calculating alkalinity as NaOH or KOH.

Cuando se realiza la prueba microscópica, no se debe intentar la medición o el conteo de materiales amorfos, semilíquidos o morfológicamente indiferenciados de algún otro modo y que tengan la apariencia de una mancha o coloración en la superficie de la membrana. Estos materiales muestran poco o ningún relieve en la superficie y presentan un aspecto gelatinoso o similar al de una película. Debido a que este material en solución consiste en unidades en el orden de 1 μm o menores, que se pueden contar sólo después de la agregación o deformación en una membrana analítica, puede facilitarse la interpretación del recuento analizando una muestra de la solución por medio del método de recuento de partículas por obstrucción de luz.

Aparato de Prueba, Entorno de Prueba, Procedimiento de Prueba y Enumeración de Partículas—Proceder según se indica para la *Prueba de Conteo de Partículas Microscópicas* en *Partículas en Inyectables* (788).

Interpretación—La solución oftálmica cumple con los requisitos de la prueba si el número promedio de partículas presente en las unidades analizadas no excede del valor adecuado que se indica en la *Tabla 2*.

Tabla 2. Conteo de Partículas por Método Microscópico

	Diámetro		
	$\geq 10 \mu\text{m}$	$\geq 25 \mu\text{m}$	$\geq 50 \mu\text{m}$
Número de partículas	50 por mL	5 por mL	2 por mL

<791> pH

Para propósitos farmacopeicos, se define el pH como el valor dado por un instrumento potenciométrico (medidor de pH) apropiado, adecuadamente normalizado, capaz de reproducir valores de pH de hasta 0,02 unidades de pH que emplea un electrodo indicador sensible a la actividad del ión hidrógeno, el electrodo de vidrio y un electrodo de referencia apropiado. El instrumento debe ser capaz de detectar el potencial a través del par de electrodos y, a los fines de normalización del pH, de aplicar un potencial regulable al circuito mediante la manipulación de los controles de "normalización", "cero", "asimetría" o "calibración" y debe poder controlar el cambio en milivoltios por cada cambio de unidad en la lectura de pH a través de un control de "temperatura" y/o "pendiente". Las mediciones se hacen a $25 \pm 2^\circ$, a menos que se especifique algo diferente en la monografía individual o en este texto.

La escala de pH se define por la ecuación:

$$\text{pH} = \text{pH}_s + (E - E_s)/k$$

en donde E y E_s son los potenciales medidos cuando la celda galvánica contiene la solución en análisis, representada por pH y la *Solución Amortiguadora de Normalización* apropiada, representada por pH_s , respectivamente. El valor de k es el cambio en el potencial por cambio de unidad en el pH y teóricamente es $[0,05916 + 0,000198(t - 25^\circ)]$ voltios a cualquier temperatura t .

Se debe enfatizar que las definiciones de pH, la escala de pH y los valores asignados a las *Soluciones Amortiguadoras de Normalización* tienen el propósito de establecer un sistema práctico y operativo para que los resultados se puedan comparar entre laboratorios. Los valores de pH así medidos no se corresponden exactamente con los obtenidos por la definición, $\text{pH} = -\log a_{\text{H}^+}$. Siempre que la solución que se está midiendo sea lo suficientemente similar en composición a la solución amortiguadora usada para la normalización, el pH operacional será bastante cercano al pH teórico. Aunque no se hace ninguna afirmación con respecto a la aptitud del sistema para medir la actividad o la concentración del ión hidrógeno, los valores obtenidos están estrechamente relacionados con la actividad del ión hidrógeno en soluciones acuosas.

Cuando un medidor de pH se normaliza mediante el uso de una solución amortiguadora acuosa y luego se la emplea para medir el "pH" de una solución o suspensión no acuosa, la constante de ionización del ácido o de la base, la constante dieléctrica del medio, el potencial de unión líquida (que puede originar errores de aproximadamente 1 unidad de pH) y la respuesta del ión hidrógeno del electrodo de vidrio cambian totalmente. Por estas razones, los valores así obtenidos con soluciones que son sólo de carácter parcialmente acuoso pueden considerarse únicamente como valores aparentes de pH.

SOLUCIONES AMORTIGUADORAS DE NORMALIZACIÓN DE MEDIDORES DE pH

Las *Soluciones Amortiguadoras de Normalización* se deben preparar como se indica en la tabla adjunta.* Las sales amortiguadoras de la pureza requerida pueden obtenerse en el National Institute of Science and Technology. Las soluciones se pueden almacenar en frascos de polietileno o vidrio duro con un cierre impermeable o con un tubo de absorción de dióxido de carbono (cal sodada). Se deben preparar soluciones nuevas a intervalos que no excedan los 3 meses usando agua libre de dióxido de carbono. La tabla indica el pH de las soluciones amortiguadoras como una función de la temperatura. Las instrucciones que se presentan en este documento son para la preparación de soluciones que tengan las concentraciones molales (m) especifica-

* Se pueden emplear soluciones amortiguadoras disponibles comercialmente para la normalización de medidores de pH, normalizadas mediante métodos reconocidos por el National Institute of Standards and Technology (NIST) cuya etiqueta indica un valor de pH con una aproximación de 0,01 unidades de pH. Para las soluciones de normalización que tengan un pH menor que 4, se acepta una exactitud etiquetada de 0,02. Se pueden usar soluciones preparadas con materiales de grado reactivo de la ACS u otros materiales adecuados, en las cantidades declaradas, siempre y cuando el pH de la solución resultante sea el mismo que el de la solución preparada con el material certificado por el NIST.

das. Sin embargo, por conveniencia y para facilitar su preparación, las instrucciones se dan en función de la dilución a un volumen de 1000 mL en lugar de especificar el uso de 1000 g de disolvente, que es la base de la concentración de soluciones en el sistema de molalidad. Las cantidades indicadas no se pueden calcular simplemente sin información adicional.

Valores de pH de Soluciones Amortiguadoras de Normalización

Temperatura, °C	Tetraoxalato de Potasio, 0,05 m	Biftalato de Potasio, 0,05 m	Fosfato Equimolal, 0,05 m	Tetraborato de Sodio, 0,01 m	Hidróxido de Calcio, Saturado a 25°
10	1,67	4,00	6,92	9,33	13,00
15	1,67	4,00	6,90	9,28	12,81
20	1,68	4,00	6,88	9,23	12,63
25	1,68	4,01	6,86	9,18	12,45
30	1,68	4,02	6,85	9,14	12,29
35	1,69	4,02	6,84	9,10	12,13
40	1,69	4,04	6,84	9,07	11,98
45	1,70	4,05	6,83	9,04	11,84
50	1,71	4,06	6,83	9,01	11,71
55	1,72	4,08	6,83	8,99	11,57
60	1,72	4,09	6,84	8,96	11,45

Tetraoxalato de Potasio, 0,05 m—Disolver 12,61 g de $\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en agua para obtener 1000 mL.

Biftalato de Potasio, 0,05 m—Disolver 10,12 g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$, previamente secado a 110° durante 1 hora, en agua para obtener 1000 mL.

Fosfato Equimolal, 0,05 m—Disolver 3,53 g de Na_2HPO_4 y 3,39 g de KH_2PO_4 , cada uno previamente secado a 120° durante 2 horas, en agua para obtener 1000 mL.

Tetraborato de Sodio, 0,01 m—Disolver 3,80 g de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ en agua para obtener 1000 mL. Proteger de la absorción de dióxido de carbono.

Hidróxido de Calcio, saturado a 25°—Agitar un exceso de hidróxido de calcio con agua y decantar a 25° antes de usar. Proteger de la absorción de dióxido de carbono.

Debido a las variaciones en la naturaleza y funcionamiento de los medidores de pH disponibles, no es práctico dar instrucciones de aplicación universal para las determinaciones potenciométricas del pH. Los principios generales a seguir para llevar a cabo las instrucciones estipuladas para cada instrumento por su fabricante se establecen en los párrafos siguientes. Examinar los electrodos y, si está presente, el puente salino antes de usar. Si fuera necesario, volver a llenar la solución del puente salino y cumplir con otras precauciones indicadas por el fabricante del instrumento o del electrodo.

Para normalizar el medidor de pH, seleccionar dos *Soluciones Amortiguadoras de Normalización* cuya diferencia de pH no exceda de 4 unidades y de tal manera que el pH esperado del material en análisis se encuentre entre éstos. Llenar la celda con una de las *Soluciones Amortiguadoras de Normalización* a la temperatura a la que se medirá el material de prueba. Ajustar el control de "temperatura" a la temperatura de la solución y ajustar el control de calibración para que el valor de pH observado sea idéntico al valor tabulado. Enjuagar los electrodos y la celda con varias porciones de la segunda *Solución Amortiguadora de Normalización*, luego llenar la celda con esa solución a la misma temperatura que el material a medir. El pH de la segunda solución amortiguadora está dentro de $\pm 0,07$ unidades de pH del valor tabulado. Si se observa una desviación mayor, examinar los electrodos y, si estuvieran defectuosos, reemplazarlos. Ajustar la "pendiente" o control de "temperatura" para hacer que el valor de pH observado sea idéntico al tabulado. Repetir la normalización hasta que ambas *Soluciones Amortiguadoras de Normalización* den valores de pH observados con una aproximación de 0,02 unidades de pH del valor tabulado sin ajuste adicional de los controles. Cuando el sistema está funcionando satisfactoriamente, enjuagar los electrodos y la celda varias veces con unas pocas porciones del material de prueba, llenar la celda con el material de prueba y leer el valor de pH. Usar agua libre de dióxido de carbono (ver *Agua* en la sección *Reactivos, Indicadores y Soluciones*) para disolver o diluir el material de prueba para las determinaciones de pH. En todas las mediciones de pH, dejar que transcurra un tiempo suficiente para la estabilización.

Cuando los valores de pH aproximados sean suficientes, los indicadores y papeles de prueba (ver *Indicadores y Papeles de Prueba*, en la sección *Reactivos, Indicadores y Soluciones*) pueden ser adecuados.

Para ver una discusión sobre las soluciones amortiguadoras del pH y la composición de las soluciones amortiguadoras estándar necesarias para las pruebas y valoraciones farmacopeicas, ver *Soluciones Amortiguadoras* en la sección *Reactivos, Indicadores y Soluciones*.

MÉTODO ANALÍTICO DEL pH SEGÚN ASTM



Designation: D1172 – 95 (Reapproved 2007)

Standard Guide for pH of Aqueous Solutions of Soaps and Detergents¹

This standard is issued under the fixed designation D1172; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 This guide covers the preparation of aqueous solutions of soaps and detergents and the determination of their pH.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* Material Safety Data Sheets are available for reagents and materials. Review them for hazards prior to usage.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

D460 Test Methods for Sampling and Chemical Analysis of Soaps and Soap Products

D501 Test Methods of Sampling and Chemical Analysis of Alkaline Detergents

E70 Test Method for pH of Aqueous Solutions With the Glass Electrode

3. Sampling

3.1 The material shall be sampled in accordance with Test Methods **D460** or **D501**, whichever is applicable.

4. Reagent

4.1 *Distilled Water or Equivalent*—Distilled water or equivalent shall be boiled thoroughly, or purged with CO₂-free air, to remove CO₂ and shall be protected with soda-lime or soda-asbestos (Ascarite) while cooling and in storage. The pH

of this water shall be between 6.2 and 7.2 at 25°C. The residue on evaporation, when heated at 105°C for 1 h, shall not be more than 0.5 mg/L.

5. Procedure for Synthetic Detergents

5.1 *Preparation of Solutions*—Weigh 1 ± 0.001 g of the sample (see **Note 1** and **Note 2**) and transfer to a 1-L volumetric flask. Partially fill the flask with distilled water or equivalent and agitate until the sample is completely dissolved. Make certain the solute is completely dissolved and allow time for the evolution of dissolved gases. Fill to the calibration mark with distilled water or equivalent. Stopper the flask; mix thoroughly. The desirable condition requires the solution to come to equilibrium. Allow the solution to equilibrate at $25 \pm 2.0^\circ\text{C}$. The use of a temperature compensation probe may allow alternate temperatures. Records should show the time interval between solution preparation and pH measurement.

NOTE 1—The procedure for detergents other than soaps is applicable to some compositions that contain minor proportions of soap, provided that the solutions do not show evidence of gelling prior to carrying out the pH measurement.

NOTE 2—Measurements of pH of gelled solutions lack constancy and reproducibility. The procedure for soaps (Section 6) is designed to produce solutions that will not gel before the pH measurement is carried out. This procedure should be used for all detergent solutions, soap or nonsoap, that give evidence of gelling or incomplete solution when prepared in accordance with 5.1. The procedure for soaps is not applicable to detergent compositions that are known to be chemically altered by the boiling water used in dissolving the sample, or that are intended exclusively for use in cold water.

5.2 *Determination of pH*—Calibrate the pH meter and suitable electrodes. The recommended electrodes are Fischer Accuphast combination electrode or Orion Ross Sure Flow electrode or equivalent electrodes. Measure the pH of the solution while stirring.

6. Procedure for Soaps

6.1 *Preparation of Apparatus*—Use a pH meter and electrodes as defined in Test Method **E70**. Set the temperature control knob at 40°C and standardize the assembly with a suitable buffer solution in the pH 9 to 11 range at 40°C. Leave the electrode in the buffer to maintain temperature equilibrium. Have the apparatus ready for immediate use.

¹ This guide is under the jurisdiction of ASTM Committee D12 on Soaps and Other Detergents and is the direct responsibility of Subcommittee D12.15 on Physical Testing.

Current edition approved Oct. 1, 2007. Published October 2007. Originally approved in 1951. Last previous edition approved in 2001 as D1172 – 95(2001). DOI: 10.1520/D1172-95R07.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

6.2 *Preparation of Solution*—Weigh 0.30 ± 0.01 g of the sample (see **Note 2**) and transfer to a 250-mL Erlenmeyer flask. Add 100 mL of boiling distilled water or equivalent that has been boiled vigorously for 15 min just prior to use. Loosely stopper the flask with a clean, neutral, one-hole stopper fitted with a suitable thermometer readable to the nearest 0.1°C in the 25 to 50°C range and so arranged that the thermometer bulb will be completely immersed in the liquid. Agitate the flask and

contents to apparently complete solution of the sample; then cool rapidly under tap water to $43 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$. Promptly pour enough of the solution into the pH beaker to almost fill it.

6.3 *Determination of pH*—Determine the pH of the solution at $40 \pm 2.0^{\circ}\text{C}$, while stirring. The recommended electrodes are Fisher Accuphast combination electrode or Orion Ross Sure Flow electrode.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the ASTM website (www.astm.org/COPYRIGHT/).

ANEXO 8

MÉTODO ANALÍTICO DE LA MEDICIÓN DE LA VISCOSIDAD SEGÚN USP 37

618 (911) Viscosidad—Métodos del Viscosímetro Capilar / Pruebas Físicas

USP 37

$$\eta = \nu \times \rho$$

ρ = densidad del fluido (g/mL)

El tiempo de flujo del fluido en análisis es la media de no menos de tres determinaciones consecutivas. El resultado es válido si la desviación estándar relativa porcentual (%RSD) para las tres lecturas es no más de 2,0%.

• MÉTODO II. VISCOSÍMETRO CAPILAR TIPO OSTWALD

Aparato: La determinación se puede llevar a cabo con un viscosímetro capilar tipo Ostwald (Figura 2).

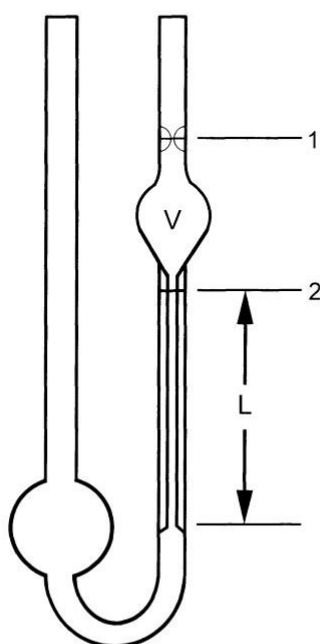


Figura 2. Viscosímetro Capilar Tipo Ostwald

Procedimiento: Llenar el tubo con una cantidad de la muestra que sea apropiada para el viscosímetro en uso o siguiendo las instrucciones del fabricante. El volumen de fluido usado debe ser tal que el bulbo inferior no se vacíe completamente cuando el fluido se direcciona hacia arriba a través del tubo capilar hasta la marca de graduación más alta. Llevar a cabo el experimento con el tubo en posición vertical. Sumergir el viscosímetro en un baño de agua o aceite estabilizado a la temperatura especificada en la monografía individual y controlar la temperatura a $\pm 0,1^\circ$, a menos que se especifique algo distinto en la monografía individual. Mantener el viscosímetro en posición vertical durante un periodo de no menos de 30 minutos para permitir que la temperatura de la muestra alcance el equilibrio. Usando succión, direccionar el fluido a través del tubo capilar hasta que el menisco alcance el nivel de la graduación más alta. Con el tubo de llenado y el tubo capilar abiertos a la presión atmosférica, registrar el tiempo, en segundos, requerido para que el líquido fluya desde la marca superior hasta la marca inferior en el tubo capilar. [NOTA—El tiempo de flujo mínimo debe ser 200 segundos.]

Calibración y Cálculo de las viscosidades cinemática y newtoniana del fluido muestra: Proceder según se indica en el Método I.

(912) MÉTODOS DEL REÓMETRO ROTATORIO

El principio del método se basa en medir la fuerza (torque) que actúa sobre un rotor cuando éste rota a una velocidad angular constante (velocidad de rotación) en un líquido. Los reómetros o viscosímetros rotatorios se usan para medir la viscosidad de fluidos newtonianos, es decir, fluidos que tienen una viscosidad independiente de la tensión o velocidad de corte, o la viscosidad aparente de fluidos no newtonianos, los cuales pueden presentar un comportamiento reológico diferente, dependiendo de la velocidad y tensión de corte y de la temperatura. Los siguientes procedimientos se usan para determinar la viscosidad de fluidos newtonianos o la viscosidad aparente de fluidos no newtonianos. La viscosidad calculada de los fluidos newtonianos debe ser la misma (dentro del error experimental), independientemente de la velocidad de corte (o velocidad de rotación). Dada la dependencia de la viscosidad con respecto a la temperatura, la temperatura de la sustancia que se está midiendo se debe controlar dentro de $\pm 0,1^\circ$, a menos que se especifique de otro modo en la monografía individual. A menos que se indique de otro modo en la monografía individual, usar el Método I.

• **MÉTODO I. REÓMETROS DE ROTOR, HUSILLO O HUSO (SPINDLE)(REÓMETROS RELATIVOS—VISCOSÍMETROS DE ROTOR)**

Aparato: En el reómetro de rotor, la viscosidad aparente se determina haciendo girar un rotor con forma de cilindro o disco, según se muestra en las Figuras 1 y 2, respectivamente, sumergido en un gran volumen de líquido.

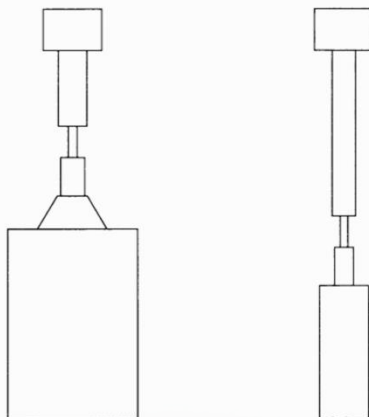


Figura 1. Rotores con forma de cilindro

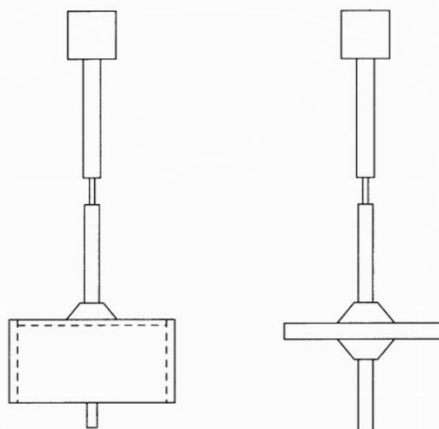


Figura 2. Rotores con forma de disco

Procedimiento: En ciertas condiciones de prueba, la velocidad de corte entre la superficie externa del rotor y la superficie interna del vaso de precipitados o vaso que contiene la sustancia de prueba puede variar. Como resultado, se debe describir la siguiente información adicional junto con la viscosidad medida:

1. Tamaño y geometría del rotor
2. Velocidad angular del rotor
3. Dimensiones internas del recipiente de la sustancia de prueba
4. Temperatura de la sustancia de prueba
5. Uso de accesorios para el instrumento, por ejemplo, un protector de rotor

La preparación de la muestra de prueba, incluyendo la equilibración de temperatura, se especifica en cada monografía individual. Se deben seguir las recomendaciones del fabricante del instrumento con respecto a la carga de la muestra, selección del rotor y operación del reómetro.

Calibración: Seleccionar al menos dos estándares de calibración apropiados para la configuración del reómetro en uso y cuyas viscosidades difieran en un valor apropiado dentro del intervalo de viscosidad de la sustancia de prueba que se está midiendo. Medir las viscosidades aparentes de cada estándar a múltiples velocidades de rotación, conforme a lo descrito anteriormente.

Se considera que un reómetro está calibrado cuando las viscosidades aparentes medidas están dentro de $\pm 5\%$ de los valores declarados.

En general, la calibración, operación y limpieza de los reómetros se deben llevar a cabo de acuerdo con las recomendaciones del fabricante del instrumento.

• **MÉTODO II. REÓMETROS DE CILINDRO CONCÉNTRICO**

Aparato: En los reómetros de cilindro concéntrico, la viscosidad aparente se determina colocando el líquido en el espacio entre el cilindro interno y el cilindro externo. Los reómetros rotatorios de tensión controlada y de velocidad controlada están disponibles comercialmente en configuraciones con especificaciones geométricas absolutas (p.ej., espacios anulares muy pequeños entre cilindros concéntricos) que pueden proveer datos reológicos uniformes y significativos para fluidos no newtonianos. Los reómetros de tensión controlada generan datos a tensión controlada y miden la velocidad de corte resul-

III. MAKING VISCOSITY AND YEILD MEASUREMENTS

III.1 Quick Start

Viscosity Measurement

The DV-III Ultra Rheometer uses the same methodology for viscosity measurement as the Brookfield Dial Reading Viscometer and DV series of Digital Viscometers. If you have experience with other Brookfield equipment, this section will give you the quick steps for taking a viscosity reading. If you have not used a Brookfield Viscometer before, skip this section and go to Section III.2 for a detailed description.

- A) Assemble and level the rheometer
- B) Turn power on. Select 2 = STANDALONE MODE.
- C) Autozero the rheometer
- D) Enter the spindle number using the SELECT SPINDLE key
- E) Introduce the spindle into the sample and attach the spindle to the coupling nut.
NOTE: Left-hand threads.
- F) Enter the speed of rotation using the number pad and ENTER key
- G) Record % torque and viscosity.

Yield Measurement

The DV-III Ultra Rheometer uses the same methodology for yield measurement as the Brookfield YR-1 Rheometer. If you have experience with the YR-1, this section will give you the quick steps for taking a yield stress reading. If you have not used a Brookfield Viscometer before, skip this section and go to Section IV.8 for a detailed description.

- A) Assemble and level the rheometer (Section I.10).
- B) Turn power on. Select 2 = STANDALONE MODE.
- C) Autozero the rheometer (Section II.1).
- D) Press the PROG key on the rheometer keypad. The rheometer will display the “PROGRAM MODES” screen as shown in Figure II.20. Press the “4” key to access the Yield Program.
- E) Start the EZ-Yield software program on your PC. In the upper right corner of the main screen, set the instrument setting to “DV-III ULTRA” and the COM port setting to the appropriate com port.
- F) Click on the “Test Parameters” tab beneath the toolbar on your PC screen. Insert values for the EZ-Yield test parameters as explained in Section I.3 and save the file if required for future use.
- G) Click the download button on the toolbar on your PC screen. The screen on the rheometer will show “DOWNLOAD COMPLETE, PRESS ANY KEY”.

ANEXO 10
MÉTODO ANALÍTICO DE LA GLICERINA SEGÚN ASTM



D460 – 91 (2014)

GLYCERIN, SUGARS, AND STARCH

Glycerin in the Absence of Sugars

82. Reagents

82.1 *Periodic Acid Solution*—Dissolve 5.4 g of periodic acid (H_5IO_6) in 100 mL of water, add 1900 mL of glacial acetic acid ($\text{CH}_3\text{-COOH}$), and mix thoroughly. Store the solution in a dark, glass-stoppered bottle or store in the dark in a clear, glass-stoppered bottle.

82.2 *Potassium Iodide Solution (150 g/L)*—Dissolve 15 g of potassium iodide (KI) in water and dilute to 100 mL.

82.3 *Sodium Thiosulfate, Standard Solution (0.1 N)*—Prepare and standardize a 0.1 N solution of sodium thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

82.4 *Starch Indicator Solution*—Dissolve 10 g of soluble cold starch in 1 L of water.

83. Procedure

83.1 Weigh approximately 10 g of the sample to the nearest 0.01 g. If starch is present, it will be necessary to remove it as matter insoluble in alcohol as described in Section 20. Add 91 mL of chloroform measured from a buret to within ± 0.2 mL to a 1-L volumetric flask. Then add 25 mL of glacial acetic acid from a graduate.

NOTE 16—If soap contains more than 10 % moisture, adjust the amount of chloroform added so that the total volume of fatty acid and chloroform will equal 100 ± 1 mL.

83.2 Transfer the sample quantitatively to the volumetric flask and add approximately 500 mL of water. Stopper and shake until sample is dissolved (see Note 17). If the soap does not react readily, warm contents of the flask and shake (see Note 18). If warmed, cool to room temperature before proceeding.

NOTE 17—Cork stoppers must never be used where periodic acid can come in contact with them.

NOTE 18—If the aqueous phase is alkaline, due to large amounts of builder in the soap, add concentrated sulfuric acid (H_2SO_4 , sp gr 1.84) in 0.5-mL increments until the solution is definitely acid to litmus.

83.3 Add water to the mark, stopper, and mix thoroughly by inverting. Set aside until the aqueous and chloroform layers separate.

83.4 Pipet 50 mL of periodic acid solution into a series of 400-mL beakers. Prepare two blanks by adding 100 mL of water to each.

83.5 Pipet 100 mL of the aqueous solution into a 400-mL beaker containing 50 mL of periodic acid solution and shake gently to effect thorough mixing (see Note 19). Cover with a watch glass and allow to stand 30 min (see Note 20).

NOTE 19—If the aqueous solution contains suspended matter, filter before pipeting the portion for test.

NOTE 20—Samples may be allowed to stand $1\frac{1}{2}$ h at room temperature before titrating, but never longer. Do not allow to stand in bright or direct sunlight.

83.6 Add 20 mL of KI solution, mix by shaking gently, and allow to stand at least 1 min, but never more than 5 min before titrating. Do not allow to stand in bright or direct sunlight.

83.7 Dilute to approximately 200 mL with water and titrate with 0.1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution. Use the variable speed electric stirrer to keep the solution thoroughly mixed. Continue the titration to the disappearance of the brown iodine color. Add 2 mL of starch indicator solution and continue the titration to the disappearance of blue iodo-starch color. Read the buret to the nearest 0.01 mL.

83.8 Determine the blanks exactly like the sample, by proceeding as in 83.6 and 83.7.

83.9 If the volume of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution required for titration of the sample described in 83.6 and 83.7 is less than 0.8 times the volume of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ required for the titration of the blank proceed as follows:

83.9.1 Repeat the test using smaller portions of the sample solutions (50, 25, 10, and 5 mL) in the procedure described in 83.5 – 83.7 until the volume of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution required for titration of the sample is more than 0.8 times the volume of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ required for the blank.

83.9.2 If 10 mL (or less) of the sample solution is necessary to bring the value within the limit required by 83.9.1, repeat the test, starting at the beginning with a smaller sample, referring to 83.1 to find the proper amount of sample to weigh.

NOTE 21—The volume of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution required for the titration of the sample must be more than 0.8 times the volume of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution required for titration of the blank to assure an adequate excess of periodic acid.

84. Calculation

84.1 Calculate the percentage of glycerin to the nearest 0.1 % as follows:

$$W_a = W_s V / 900 \quad (17)$$

$$\text{Glycerin, \%} = [(B - S)N \times 2.302] / W_a$$

where:

W_a = grams of sample represented by the aliquot used in accordance with 83.5 or 83.9,

W_s = grams of sample used in accordance with 83.1 or 83.9,

V = volume in millilitres of the aliquot used in accordance with 83.5 or 83.9,

B = volume of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution required for titration of the blank,

S = volume of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution required for titration of the sample, and

N = normality of the $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ solution.